

A Dissertation in Materials Forming Engineering

|   
Y1841604

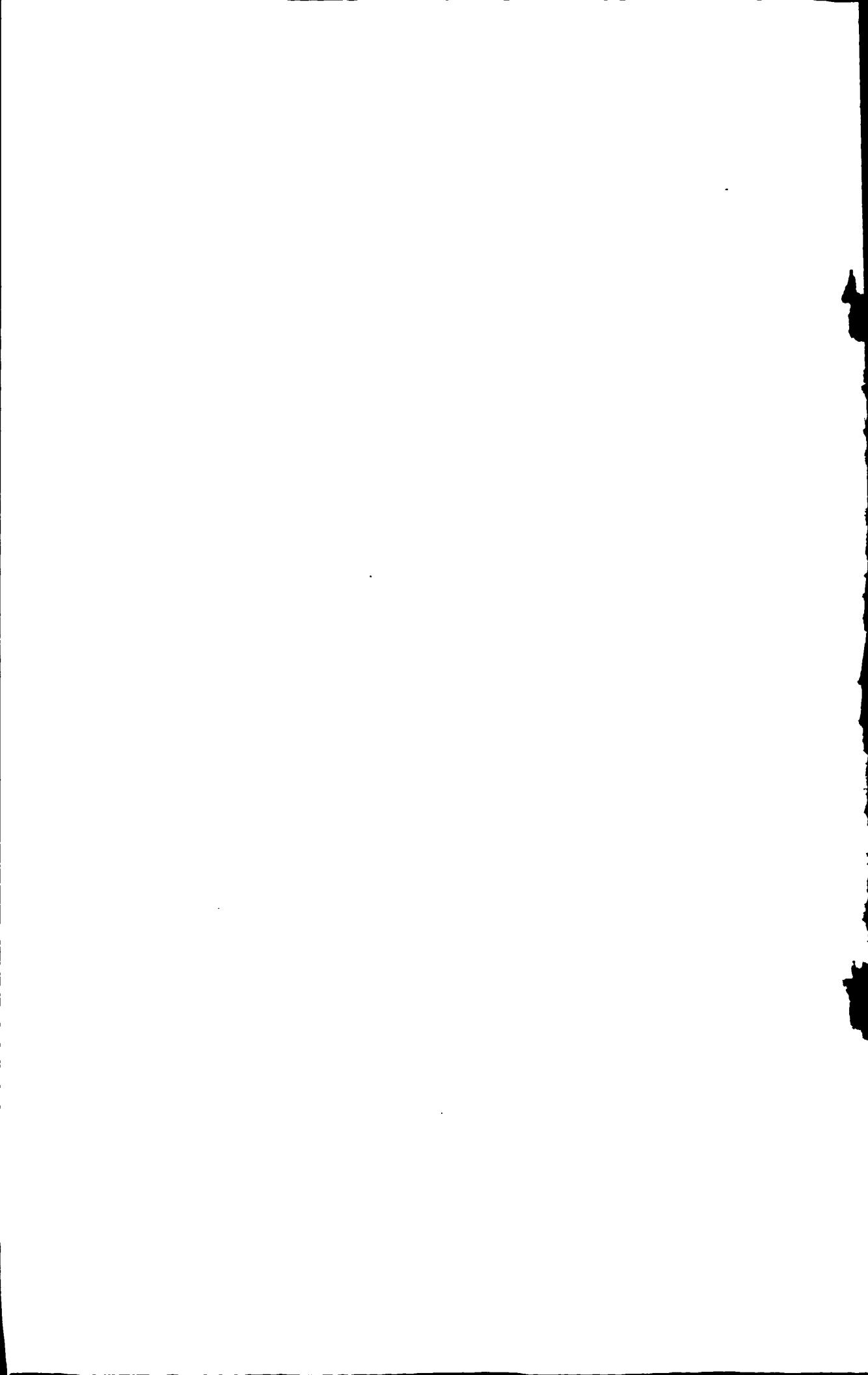
**Study on ultrasonic refinement of several  
commercial magnesium alloys**

**By Liu Hong-Ming**

**Supervisor: Professor LU Gui-Min**

**Northeastern University**

**February 2008**



## 独创性声明

本人声明，所呈交的学位论文是在导师的指导下完成的。论文中取得的研究成果除加以标注和致谢的地方外，不包含其他人已经发表或撰写过的研究成果，也不包括本人为获得其他学位而使用过的材料。与我一同工作的同志对本研究所做的任何贡献均已在论文中作了明确的说明并表示谢意。

学位论文作者签名:

孙海峰

日 期: 2008.3.2

## 学位论文版权使用授权书

本学位论文作者和指导教师完全了解东北大学有关保留、使用学位论文的规定：即学校有权保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和磁盘，允许论文被查阅和借阅。本人同意东北大学可以将学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索、交流。

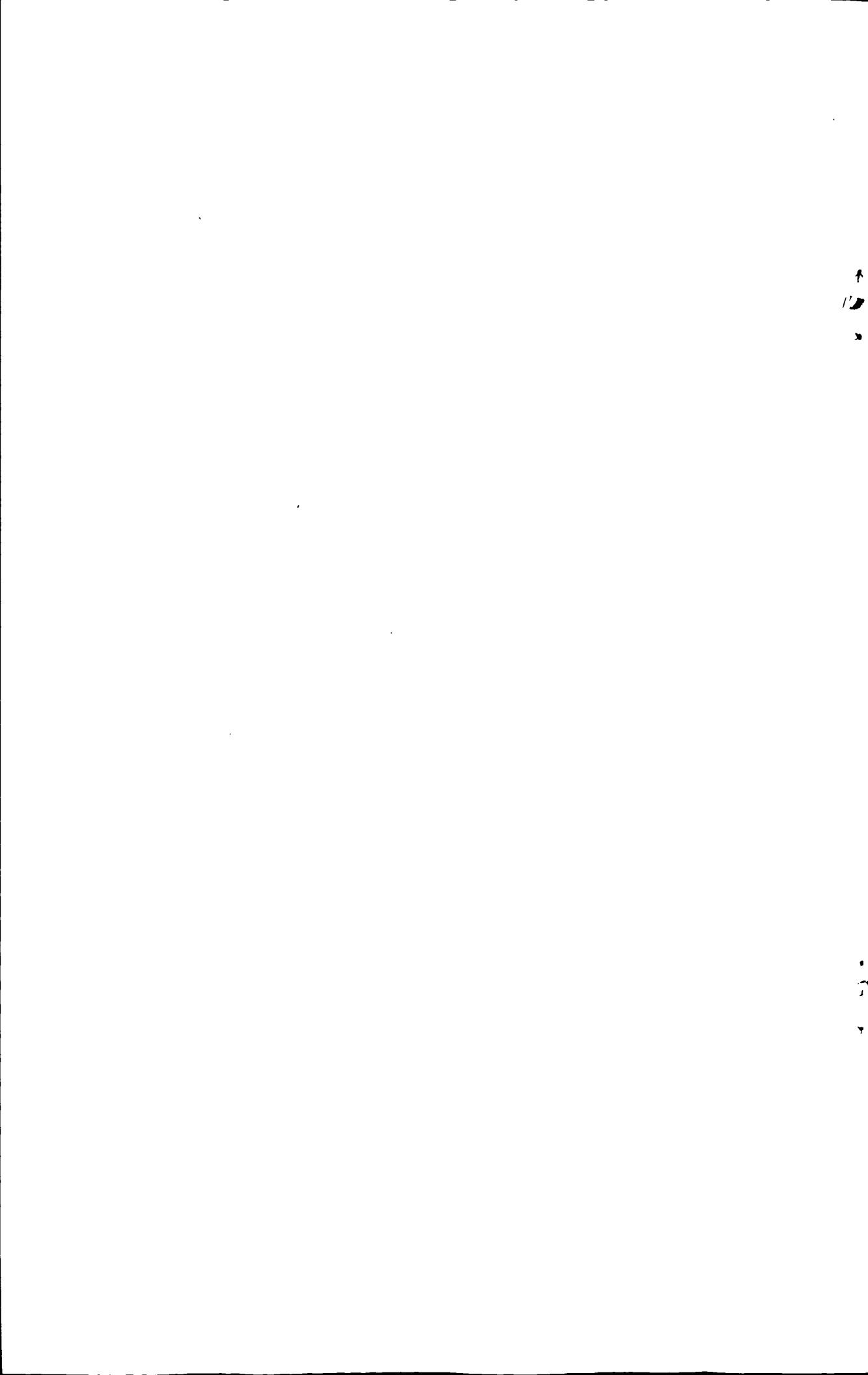
(如作者和导师不同意网上交流，请在下方签名；否则视为同意。)

学位论文作者签名:

导师签名:

签字日期:

签字日期:



# 几种工业镁合金的超声孕育细化研究

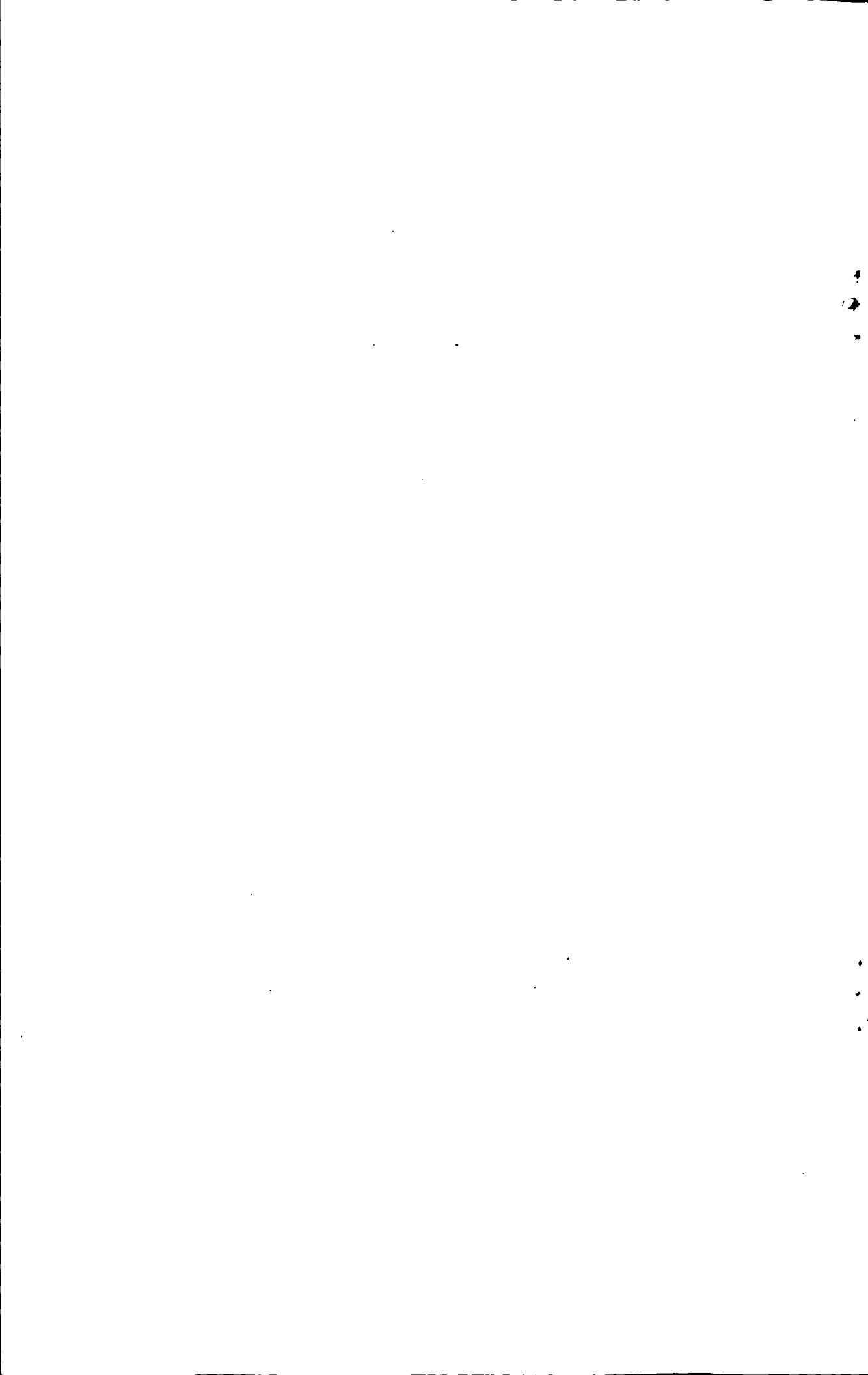
## 摘要

镁合金以其重量轻、比强度高而日益广泛地应用于汽车、电子、航空航天等领域，被认为是21世纪最具开发前景的轻质结构材料，但低强度是镁合金应用中存在的主要障碍之一。然而，镁合金析出沉淀强化手段有限，因此，细晶强化成为提高镁合金力学性能的一种重要途径。大量研究已表明，超声作为一种物理场，可以显著细化经超声处理的金属熔体的凝固组织，是一种新兴的并有广阔应用前景的金属熔体细晶处理方法。

本文以AZ系列和AS41系列镁合金为研究对象，采用光学显微镜、扫描电子显微镜(+能谱分析仪)、图像分析软件、X衍射仪以及万能材料实验机等手段分别对连续与脉冲超声孕育处理的镁合金熔体的凝固组织的宏观形貌、微观组织结构、相组成和力学性能进行了系统研究，得出以下主要结论：

- (1) 连续超声和脉冲超声孕育处理均能够使镁合金组织明显得到细化。超声孕育处理的效果与超声的功率(强度)、处理时间、熔体温度，以及脉冲超声的脉宽、周期等工艺参数有关。
- (2) 连续超声孕育处理AZ80熔体时，高功率短时间或低功率长时间孕育处理时均可以获得较好的晶粒细化效果。超声功率对AS41合金熔体的影响存在一个最优值；在功率为100W( $14.1\text{W/cm}^2$ )时，随时间延长晶粒持续细化。AS41合金中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相随超声功率增加而持续细化，但超声孕育时间似乎有个孕育处理时间门槛值。
- (3) 脉冲超声孕育处理镁合金熔体时，处理功率、处理时间、处理温度对镁合金微观组织的影响规律与连续超声类似。脉冲超声的大脉宽和短周期等同于提高脉冲超声的平均功率，因此，提高脉宽与缩短脉冲周期对孕育效果的影响与提高处理的表观功率的结果类似。
- (4) 连续或脉冲超声处理镁合金熔体均显著改变其凝固组织中的析出相的点阵常数。延长连续超声孕育时间或增大脉冲超声的功率，AZ80合金中的 $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ 相晶格常数均呈现先减小后增大的趋势；AS41合金中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相随连续超声功率的增加也呈相同的变化规律。
- (5) 超声孕育处理后的AZ80镁合金的铸态力学性能较未经超声孕育处理时显著提高。

关键词：镁合金，超声孕育处理，微观组织，力学性能



# Study on Ultrasonic Refinement of Several Commercial Magnesium Alloys

## Abstract

Magnesium alloy has been extensively applied to many kinds of field including automobile, electron, aviation and aerospace due to its light weight and high specific strength, and was considered as the most lightweight construction materials worthy to be developed in 21th century. However, low strength feature of magnesium alloy has become a major drawback of its application. Grain refinement is one of important way to improve its mechanical properties because of lack of effective precipitation strengthening phase. Many researches had shown that the solidification microstructure could be refined notably after its metal melt after treated by ultrasonic field, so that ultrasonic field has a bright future in microstructure refinement.

In this paper, macrostructure and microstructure, feature of precipitation phases, mechanical properties of AZ and AS magnesium alloys were investigated their melts treated by the continuous and the pulse ultrasonic fields through optical microscope, X-ray diffraction analysis, energy spectrum analysis, Leica analyze software, SEM (SEDX) and so on. The major conclusions were summarized as following:

(1) The solidification microstructures of magnesium alloys could be refined obviously after their melts treated by the continuous or the pulse ultrasonic field. The effect of ultrasonic treatment is related with the parameters of the applied ultrasonic filed including the ultrasonic power (intensity), the treating time, the treating temperature, and the pulse width and the pulse period of the pulse ultrasonic field.

(2) The better microstructures with refine grains of AZ80 magnesium alloys could be obtained after their melt was treated by the continuous ultrasonic field in the condition of high-power for short time or low-power for long time. And for AS41 alloy, there is an optimum value of power or intensity, and the refinement effect improved continuously as prolonging treating time when the power (or intensity) is 100W (or  $14.1\text{W/cm}^2$  ). The Mg<sub>2</sub>Si

phase in AS41 alloy was refined continuously while increasing the ultrasonic power, however, it seems that there is a threshold value for treating time.

(3) The effects of ultrasonic power, treating time and treating temperature on the microstructures of magnesium alloys as applying the pulse field to their melts were similar to those of continuous field. Because the wide width or short period of the pulse ultrasonic field is equivalence to high time average power, the effect of increasing width or shortening period of pulse filed is the same as the result of increasing apparent power.

(4) The lattice parameters of phases in magnesium alloys could be changed obviously while their melts were ultrasonic treated. As prolonging treating time or increasing the pulse ultrasonic power, the lattice parameters of  $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  in AZ80 alloy reduce first and then increase; and the effects on the lattice parameters of  $\text{Mg}_2\text{Si}$  in AS41 alloy have the same results.

(5) As AZ80 magnesium alloy melt was treated by ultrasonic field, the mechanical properties of its cast alloy were improved greatly.

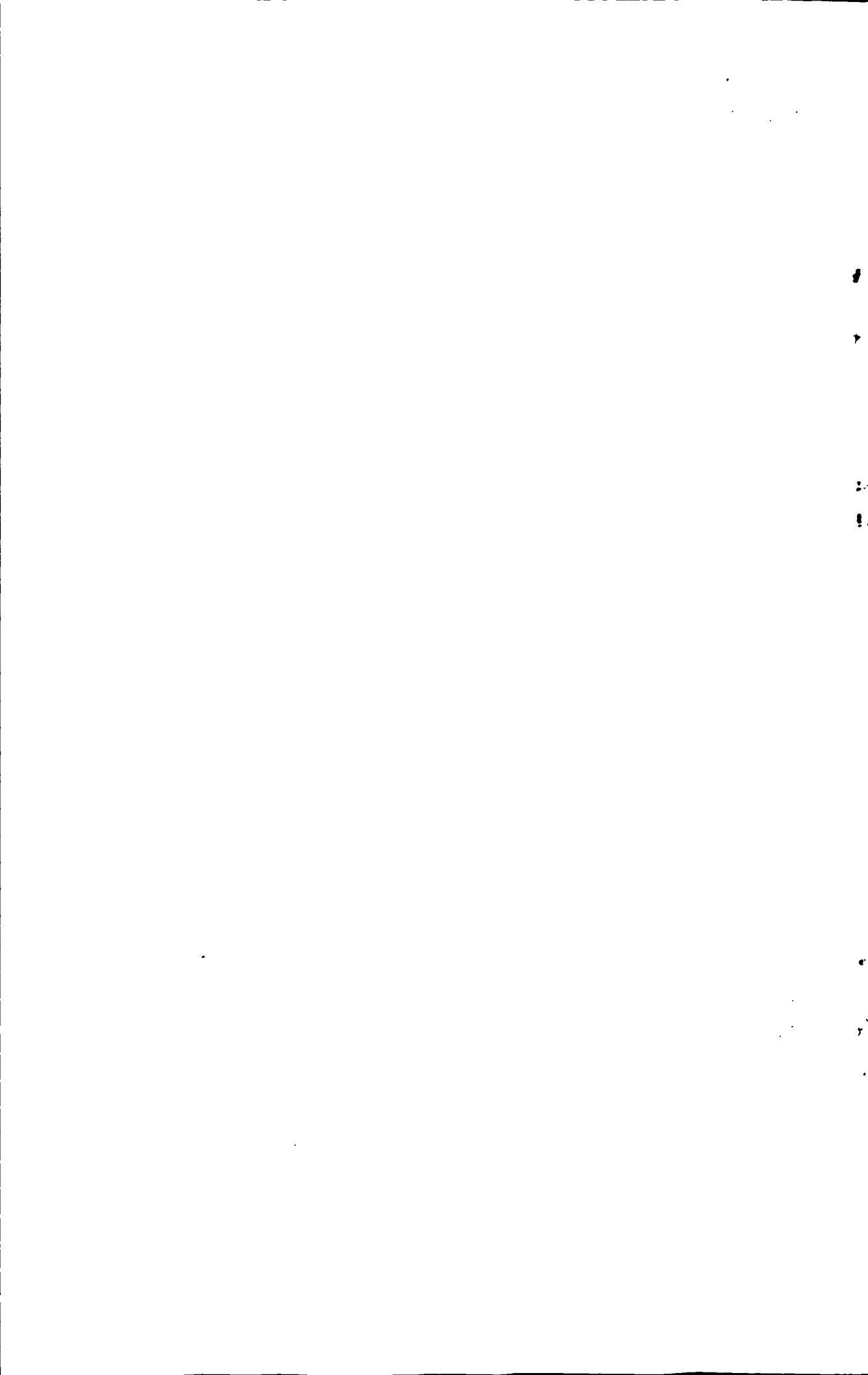
**Keywords:** Magnesium alloys, ultrasonic treatment, microstructure, mechanical properties

# 目录

摘要 .....	I
Abstract .....	II
第一章 绪论 .....	1
1.1 引言 .....	1
1.2 镁合金的种类、特点与用途 .....	1
1.2.1 Mg 合金的种类 .....	1
1.2.2 Mg 合金的特点 .....	2
1.2.3 Mg 合金的用途 .....	2
1.2 镁合金的组织形态 .....	3
1.2.1 AZ 系列镁合金的组织及形态 .....	3
1.2.1 AS 系列镁合金的组织及形态 .....	4
1.3 镁合金的组织细化 .....	5
1.4 镁合金的研究和发展 .....	6
1.5 镁合金的发展前景 .....	7
1.6 超声波原理及其特性 .....	8
1.6.1 超声波原理 .....	8
1.6.2 超声波特性 .....	9
1.7 金属熔体超声孕育处理和凝固研究现状 .....	9
1.7.1 超声孕育处理对凝固组织的影响 .....	9
1.7.2 超声孕育处理对金属熔体结晶过程的作用 .....	10
1.8 金属熔体超声孕育处理在镁合金中的应用优势 .....	11
1.9 金属熔体超声孕育处理与凝固技术前景 .....	11
2.0 研究目的、方法和内容 .....	12
第二章 实验方法及内容 .....	13
2.1 实验的材料及准备 .....	13
2.1.1 试验材料 .....	13
2.1.2 试验装置 .....	13
2.2 试验方案及方法 .....	14
2.2.1 试验流程图 .....	14
2.2.2 试验方法 .....	15

2.3 组织性能及检测方法.....	15
2.3.1 金相试验 .....	15
2.3.2 扫描电镜 (SEM) 及能谱分析.....	18
2.3.3 XRD 实验 .....	18
2.3.4 力学性能测试实验 .....	18
2.3.5 脉冲周期与脉宽的测定 .....	19
第三章 连续超声孕育处理对镁合金组织的影响.....	21
3.1 连续超声功率对合金凝固组织的影响.....	21
3.1.1 连续超声功率对 AZ80、AZ91 镁合金凝固组织的影响.....	21
3.1.2 连续超声功率对 AS41 凝固组织的影响.....	32
3.2 连续超声孕育处理时间对合金凝固组织的影响.....	36
3.2.1 连续超声孕育处理时间对 AZ80、AZ91 镁合金凝固组织的影响.....	36
3.2.2 连续超声孕育处理时间对 AS41 凝固组织的影响.....	44
3.3 连续超声孕育温度对合金组织的影响.....	46
3.3.1 连续超声孕育温度对 AZ80 合金组织的影响 .....	47
3.4 连续超声孕育处理对析出相结构的影响.....	50
3.4.1 连续超声孕育处理对 AZ80 合金 X 射线衍射图谱的影响.....	50
3.4.2 连续超声孕育处理对 AZ80 镁合金中 $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ 相晶格常数的影响 .....	52
3.4.3 超声处理对 AS41 合金 X 射线衍射图谱的影响 .....	54
3.4.4 超声处理对 AS41 合金中 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相晶格常数的影响 .....	56
3.5 分析与讨论.....	57
3.5.1 超声细化机理 .....	57
3.5.2 连续超声功率对组织细化的影响机理 .....	59
3.5.3 连续超声孕育处理时间对组织细化的影响机理 .....	60
3.5.4 连续超声孕育温度对组织细化的影响机理 .....	60
3.6 小结.....	61
第四章 脉冲超声孕育处理对镁合金组织的影响.....	62
4.1 脉冲超声功率对合金凝固组织的影响.....	64
4.1.1 脉冲超声功率对 AZ80 镁合金凝固组织的影响 .....	64
4.1.2 脉冲超声功率对 AS41 凝固组织的影响.....	71
4.2 脉冲超声孕育处理时间对合金凝固组织的影响.....	77

4.2.1 脉冲超声孕育处理时间对 AZ80 镁合金凝固组织的影响 .....	77
4.2.2 脉冲超声处理时间对 AS41 凝固组织的影响.....	80
4.3 脉宽对合金凝固组织的影响.....	82
4.3.1 脉宽对 AZ80 镁合金凝固组织的影响 .....	82
4.3.2 脉宽对 AS41 凝固组织的影响.....	85
4.4 脉冲周期对合金凝固组织的影响.....	89
4.4.1 脉冲周期对 AZ80、AZ91 镁合金凝固组织的影响.....	89
4.4.2 脉冲周期对 AS41 凝固组织的影响.....	93
4.5 脉冲超声孕育处理温度对合金凝固组织的影响.....	96
4.5.1 脉冲超声孕育处理温度对 AZ80 镁合金凝固组织的影响 .....	96
4.5.2 脉冲超声孕育处理温度对 AS41 凝固组织的影响.....	99
4.6 脉冲超声孕育处理对析出相结构的影响.....	102
4.6.1 脉冲超声处理对 AZ80 合金 X 射线衍射图谱的影响 .....	102
4.6.2 脉冲超声处理对 AZ80 合金晶格常数的影响 .....	104
4.7 分析与讨论.....	104
4.8 小结.....	107
<b>第五章 超声孕育处理对镁合金力学性能的影响.....</b>	<b>108</b>
5.1 连续超声孕育处理对 AZ80 镁合金力学性能的影响 .....	108
5.1.1 力学性能测试结果 .....	108
5.1.2 拉伸断口形貌分析 .....	111
5.2 脉冲超声孕育处理对 AZ80 镁合金力学性能的影响 .....	112
5.2.1 力学性能测试结果 .....	112
5.2.2 拉伸断口形貌分析 .....	114
5.3 分析讨论.....	114
5.4 小结.....	115
<b>结论.....</b>	<b>116</b>
<b>参考文献.....</b>	<b>117</b>
<b>致谢.....</b>	<b>121</b>



# 第一章 绪论

## 1.1 引言

镁合金是工程应用中最轻的金属结构材料，其密度仅为 $1.74 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ 。由于镁合金质量轻、比强度和比刚度高、阻尼减振性好，还具有优良的切削加工性能，在汽车、电子、军事和航空航天工业中的应用日益广泛。因此，镁合金被认为是21世纪最具开发前景的轻质结构材料。过共晶铝硅合金具有热膨胀系数小、密度小、体积稳定性好、热导能力强、耐磨和耐蚀等多种优异的特性，因而它也是一种极有发展前途的结构材料<sup>[1-5]</sup>。

外加物理场制备材料是材料科学的前沿技术。外加物理场凝固技术是在金属凝固前后凝固过程中对金属熔体施加物理场，利用金属与物理场的相互作用，改善其凝固组织，具有环境良好，操作简便，安全可靠等优点<sup>[6]</sup>。对金属熔体进行超声波处理是目前该领域的研究热点之一。金属凝固时，利用超声波在熔体中的空化作用，达到细化晶粒，均匀化组织，除气，除渣，提高力学性能的作用<sup>[7, 8]</sup>。

人类进入21世纪后，一方面，环保意识的提高呼唤着绿色材料的诞生，无污染的物理细晶技术无疑将在新世纪被受关注；另一方面，物理，材料和电子技术等领域科学技术的飞速发展使大功率超声设备和耐高温变幅杆的生产成为可能，使超声波凝固技术出现了新亮点<sup>[6]</sup>。

超声是一种无污染的物理场细晶方法，与传统的变质方法相比有其一定的优越性，是一种新型而有前景的应用技术，本文应用超声处理镁合金是一种比较新的研究方法。

## 1.2 镁合金的种类、特点与用途

### 1.2.1 Mg 合金的种类

目前，国外工业中应用较广泛的Mg合金主要有以下4个系列：AZ系列(Mg-Al-Zn)；AM系列(Mg-Al-Mn)；AS系列(Mg-Al-Si)；AE系列(Mg-Al-RE)<sup>[11]</sup>。

国外常用的镁合金的应用范围如下：AZ系列为最常用的镁合金，具有良好的铸造性能和高的屈服强度，可用于形状复杂的铸造和变形部件，如汽车座椅，变速箱外壳等；AM50和AM60用于要求高延伸率和韧性，高抗弯曲性能的工件，如车轮，车门等；AS21和AS41用于较高温度下的强度较高的部件；AE42用于高温下高蠕变强度下的部件。

我国铸造镁合金主要有Mg-Zn-Zr, Mg-Zn-Zr-RE, Mg-Al-Zn三个系列<sup>[1]</sup>。

### 1.2.2 Mg 合金的特点

镁合金主要有以下几个特点<sup>[1, 9, 10]</sup>:

- 1) 密度低, 约为铝合金的64%, 钢的25%, 且比强度和比刚度高。
- 2) 收缩率均匀一致, 在负载下具有良好的抗蠕变强度, 不需退火和消除应力就具有良好的尺寸稳定性。
- 3) 相变收缩率约为铝合金的1/3, 所以缩孔倾向小。
- 4) 吸震性好, 有利于减振和降低噪音。
- 5) 比热和结晶潜热小, 具有高热导率, 所以流动性好, 凝固快。镁合金的冲型流动速度约为铝合金的1.25倍, 用于压铸生产时生产率比铝合金提高40%到50%, 镁合金压铸件可以比铝合金压铸件的壁厚做得更薄、形状更复杂。同时镁合金还非常易于回收。
- 6) 无磁性, 可用于电磁屏蔽。
- 7) 具有良好的加工性能。镁合金铸件可进行高速切削加工, 切削抵抗力小, 相对耗能低于其他金属。
- 8) 与Fe, Co, Cr, W等元素不溶或微溶, 对钢质坩埚、模具和工具侵蚀作用小。
- 9) 与钢之间的粘附系数低, 所以拔模斜度小, 易脱模。

### 1.2.3 Mg 合金的用途

镁合金的主要应用领域归类如下:

1. 铝合金的添加元素 金属镁是铝合金中的主要添加合金元素, 世界年需求量在30万t左右。
2. 镁牺牲阳极 镁牺牲阳极作为有效的防止金属腐蚀的方法之一, 广泛应用于长距离输送的地下铁制管道和石油储罐。目前, 作为镁牺牲阳极的镁合金有8-9万t/年的市场需求量, 且每年以20%的速度增长。
3. 型材用镁合金 镁合金型材、管材, 以前主要用于航空航天等尖端或国防领域。近几年由于镁合金生产能力和技术水平的提高, 极大地刺激了其在民用领域的应用, 如用作自行车架、轮椅、康复和医疗器械以及健身器材等<sup>[11]</sup>。
4. 汽车用镁合金 近年来, 各国尤其是发达国家对汽车的节能和尾气排放提出了越来越严格的限制, 迫使汽车制造商采用更多高新技术, 生产重量轻、耗油少、符合环保要求的新一代汽车<sup>[12, 13]</sup>。世界各大汽车公司已经将镁合金制造零件作为重要发展方向。

5. 电子类产品壳体及结构件 随着镁合金生产技术的突破，镁合金的使用成本也大幅度下降，从而促进了镁合金在计算机、通信、仪器仪表、家电、医疗、轻工等行业的应用发展。其中，镁合金应用发展最快的是电子信息和仪器仪表行业，这些行业应用的镁合金制品的单位重量和尺寸虽然不如汽车零部件，但它的数量大、覆盖面大，总消耗量也是巨大的<sup>[12]</sup>，成为拉动全球镁消耗量增加的另一重要因素。

人类进入新世纪以来，能源和环保题越来越受到世界各国的重视，各种各样的新型材料层出不穷。镁合金是实际应用中最轻的金属结构材料，具有很多其它金属材料所无法比拟的优越性，有着广阔的发展空间。在很多情况下，镁合金在汽车行业和电子行业所替代的材料为难以回收利用的工程塑料，而镁合金的回收费用很低，因而被称为对环境友好的材料。发达国家正在大力度地开发镁基材料。近年来镁合金在汽车和电子产品上的广泛应用格外引人注目。镁合金具有高的导热性、抗磁干扰能力、可压铸薄壁件和易回收等优点，广泛应用于电子产品。目前的温室效应和环境污染等都与汽车排放的尾气有关，汽车的尾气污染已经成为世界一大公害，严重地威胁人类的生存和发展，人们期待着镁合金作为轻质材料用于汽车生产，以减轻汽车重量、节约能源、降低污染、提高人类生存的环境质量，因此镁合金是 21 世纪的“绿色”合金<sup>[2]</sup>镁合金以其优异的结构性能，加工性能，减振等性能广泛地应用于汽车，电子，航天航空，交通工具，体育用品等行业，而且随着工业轻量化以及节约能源追求环保的发展目标，镁合金在这些行业领域内的应用将会迅速扩大<sup>[14]</sup>。

## 1.2 镁合金的组织形态

Mg合金成分的任何细微变化，都有可能改变其组织结构，合金元素（尤其是稀土元素RE）将会引起中间相结构的复杂变化，对合金的组织和性能产生很大的影响。

### 1.2.1 AZ 系列镁合金的组织及形态

AZ系列镁合金的组织为初生基体以及晶界共晶体，后者由 $\alpha$ - Mg 相及 $\beta$ - ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) 组成（见图1.1）。其中 $\beta$ - ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) 是具有体心立方结构的硬的脆性析出相，在合金中起到固溶强化的作用； Zn在Mg-Al合金中主要以固溶态存在；与Zn不同，Mn以游离态存在，Mn可以和Al生成 $Al_4Mn$ 或 $Al_6Mn$ ，当有Fe存在的时生成 $MnAlFe$ 三元化合物。<sup>[1, 15, 16, 17]</sup>

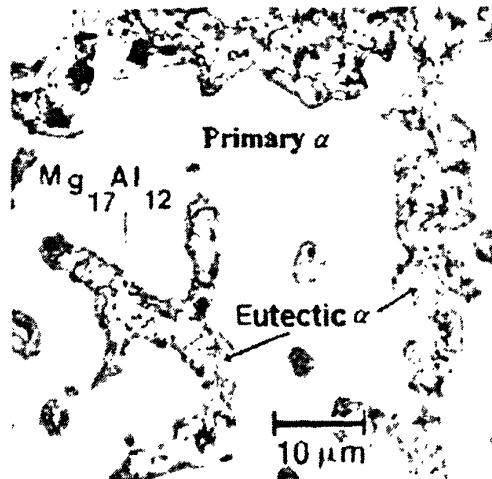


图1.1 AZ80镁合金的组织

Fig. 1.1 Microstructure of AZ80 alloy

### 1.2.1 AS 系列镁合金的组织及形态

AS系合金是20世纪70年代欧美国家开发成功的压铸耐热镁合金, AS21, AS41 为其典型代表。它主要用于汽车发动机传动系统, 作为既耐热又减重的构件来使用。铸态下AS系合金由 $\alpha$ (Mg)基、 $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相和Mg<sub>2</sub>Si相组成(见图1.2)。粗大的汉字状和多边形状组织为Mg<sub>2</sub>Si金属间化合物,  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相以黑色点状随机分布于基体内。Mg<sub>2</sub>Si相组织有两种形态: 一种为汉字状, 一种为多边形状。汉字状Mg<sub>2</sub>Si相是合金在凝固过程中发生共晶反应时产生的; 多边形状Mg<sub>2</sub>Si相是合金在凝固过程中作为初生相形成的。在合金的铸造过程中Mg<sub>2</sub>Si颗粒极易粗化, 粗大的Mg<sub>2</sub>Si颗粒将极大地恶化材料的力学性能。

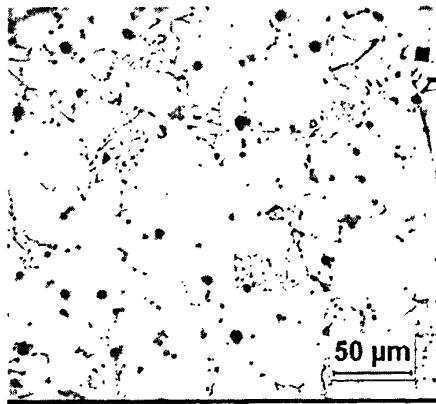


图1.2 AZ80镁合金的组织

Fig. 1.2 Microstructure of AS41 alloy

## 1.3 镁合金的组织细化

细晶强化是提高镁合金力学性能的一个很重要的方法，因为晶粒的大小直接影响力学性能。研究表明有两种机制能促进晶粒的细化<sup>[19]</sup>：一种是铸造初期在模壁过冷处有大量的晶核产生，这些晶核在对流作用下被带到熔体中间，从而促进形核。另一种是由于与悬浮在熔体中的晶核相毗邻的晶粒长大将造成局部成分过冷，能促进形核。生长抑制因子<sup>[20]</sup>(与液相线的斜率，初始成分以及元素的平衡分配系数有关)的大小和晶核的形核能力及数量对晶粒细化的效果都会产生影响。如果合金中加入的元素具有较大的生长抑制因子，晶粒的长大能快速产生成分过冷使得晶核能够稳定快速的生长。如果晶核的形核能力较强，则表示形核所需的过冷度较低，形核更为容易。所以当合金中晶核的形核能力较强且所含元素具有较大生长抑制因子时，很容易得到细小的晶粒。目前镁合金的细晶强化方法主要有以下几种：

### (1)过热法

过热法是将合金过热到合适的温度范围内并保温较短时间后，快速冷却至浇注温度进行浇注的工艺。在过热温度下搅拌可进一步提高过热处理的晶粒细化效果。但是由于过热处理增大了镁合金液的氧化损失和吸气量，且溶铁量的增大降低了合金的抗腐蚀性能，同时增加了能量和坩埚的消耗，因而在生产上已经很少采用<sup>[21, 22]</sup>。

### (2)氯化铁法

氯化铁法是在750℃左右的合金液中加入无水氯化铁( $\text{FeCl}_3$ )以细化晶粒的工艺。该法可获得于过热法相当的细化效果，但其操作温度较低，并且熔体在浇注温度下至少可保持一小时而不降低细化效果。氯化铁法只对含Mn的合金有效且合金的含铝量大于3%，基于此人们认为其细化原因与Fe-Mn-Al化合物作为结晶核心有关<sup>[23]</sup>。Zr、Be元素降低了该工艺的效果，导致晶粒粗化。由于有Fe的加入从而降低了镁合金的耐腐蚀性能，故氯化铁法未能引起工业上的注意<sup>[24]</sup>。

### (3)加“碳”变质法

加“碳”变质法是在熔体中加入含碳化合物以细化晶粒的工艺，该法因操作温度低、细化效果衰退小已成为镁合金最主要的细化技术<sup>[25, 26]</sup>。加碳变质法要求合金的含铝量至少为0.5%，可作为晶粒细化剂的含碳化合物很多，如二氧化碳、碳酸钙、碳酸镁等。这些碳化物的加入能够在镁合金熔液中形成新的高熔点化合物，这些化合物将成为新的异质晶核，从而细化晶粒。近年来对无氯化物细化剂方面做了很多工作。研究表明，石蜡、佛石—碳化物、以氢气为载体脉冲喷入的纯石墨粉、以及 $\text{Al}_4\text{C}$ 、 $\text{AlN}$ 、 $\text{SiC}$ 、 $\text{TiC}$ 颗粒均具有良好的晶粒细化效果。

#### (4) 加Sr、Ca、Ti法

Sr可作为Mg-Al系合金的有效的晶粒细化剂。Sr可显著降低纯镁和低铝含量合金的晶粒尺寸。研究表明<sup>[27]</sup>AZ91合金经C<sub>2</sub>Cl<sub>6</sub>处理后加入0.005~0.03Wt%的S对降低晶粒尺寸和缩孔具有明显的效果<sup>[28]</sup>。

Ca能明显降低纯镁的晶粒大小，同时对AZ91等镁合金的基体和第二相具有显著的细化效果。Ca能将镁合金中的Mg<sub>2</sub>Si从汉字形转变成小的多边形，提高了合金的拉伸性能和韧性<sup>[29]</sup>。

Ti是提高镁合金耐腐蚀性的有益元素，最近的研究表明<sup>[30]</sup>Ti的加入能够极大地细化AZ91的晶粒，同时基本上消除了沿晶界分布的粗大β(Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相，β(Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相的形态趋向粒状化。

#### (5) 外场孕育法

上述提及的几种组织细化方法多为变质处理法，这种方法不仅对环境造成严重的污染，而且会对金属液本身造成污染。外加物理场不仅不会对环境和材料本身造成污染，而且有显著的细化晶粒效果。

外加物理场主要有电磁场和超声场两种。电磁场对组织的细化原理主要是利用电磁场产生的洛伦兹力使熔体产生受迫振荡，从而细化组织；超声孕育细化组织的原理则是利用超声场在熔体中产生的声空化和声流效应达到细化组织的目的。

目前，国内外对电磁场细化组织方面的研究报道较多，而超声孕育细化组织方面的报道很少。

### 1.4 镁合金的研究和发展

镁合金是一种轻质合金，其比强度和比刚度要高于钢和铝，具有良好的阻尼性，较好的尺寸稳定性、机械加工性和可回收性，因而被称为21世纪的“绿色”工程材料。但是由于镁的化学活性高，与不同类金属混和时易发生电解腐蚀和微电腐蚀，其耐蚀性较差，这在一定程度上限制了镁合金的应用。镁合金的耐蚀性较差，其高温强度和蠕变性能较低，常温下的力学性能，特别是强度和韧性较低，同时与铝合金相比，镁合金的成本较高。所有这些都限制了镁合金的应用。目前镁合金的研究和发展主要有以下几个方面：

#### (1) 耐蚀镁合金

镁合金的腐蚀速率主要受杂质元素Fe、Cu、Ni等的影响，这些杂质在镁中的溶解度较低，常以非连续的化合物颗粒出现，形成微电池加剧镁合金腐蚀<sup>[31]</sup>。通过严格限制镁合金中Fe、Cu、Ni等杂质元素的含量，可以大大提高其耐蚀性。高纯度镁合金的耐蚀性可

提高100倍，使之可以在不经保护的状态下即可满足大部分汽车应用的要求。其次，对镁合金进行表面处理，可根据不同的耐蚀性要求，选用不同的处理方法，如：化学表面处理、阳极氧化处理、有机物涂覆、电镀、热喷涂等。

#### (2)耐热镁合金

稀土与镁形成低熔点共晶体，合金的流动性增加，疏松和热裂倾向减少<sup>[31]</sup>而且镁与稀土组成的相在高温非常稳定，近年来开发出含稀土的镁合金AE42。AE42具有同AZ91同样的压铸工艺性能，且直到175℃时其蠕变强度才下降到AZ91在150℃时的值。但是仍不能满足工作温度在180℃以上的汽车自动变速箱壳体和发动机零件的性能要求。最新研究是通过向镁合金中加入Ca、Si来进一步改善镁合金的高温抗拉强度和蠕变性能。

#### (3)变形镁合金

变形镁合金可以满足不同场合结构件的使用要求，经过变形的镁合金材料有较好的强度和延展性。变形镁合金有着长远的发展趋势<sup>[32]</sup>。变形镁合金主要是在300℃~500℃温度范围内通过挤压、轧制和压力锻造进行生产的。英国和日本都开发出高强度和耐蚀性强的变形镁合金。

#### (4)新的镁合金成形工艺

真空压铸可以减少压铸件中的气体含量<sup>[33]</sup>，在镁合金熔融液体进入型腔之前的瞬间，将型腔中的气体抽出，使得镁合金压铸充型过程不受气流干扰，降低镁合金中的缩松量和缩松倾向，改善压铸件的力学性能。半固态成形由于金属进入型腔时为半固态，因此无需SF<sub>6</sub>气体保护，明显缩短循环时间，减少了热冲击，提高生产效率，延长模具寿命，环境污染小，生产过程安全。半固态成形可以减少常规压铸件固有的皮下气孔和疏松等缺陷，改善镁合金的压铸态组织，提高铸件质量。同时由于凝固收缩小，可实现金属制品的近终成形，减少机加工，因此受到人们的注意<sup>[34]</sup>。

镁合金其他一些潜在性能，如：镁合金的超塑性<sup>[35]</sup>，镁合金大块非晶<sup>[36]</sup>，镁基储氢材料<sup>[37]</sup>等，都在进一步的研究和开发中。

## 1.5 镁合金的发展前景

我国是镁资源大国，但在镁合金的研究开发、市场启动和产业化等方面都已经严重落后于发达国家。镁材料及其加工技术的开发和应用对我国材料加工领域的可持续发展，有色金属产品结构调整，提高国际竞争力和实现材料领域的跨越式发展具有重要的战略意义。

随着我国加WTO，世界发达国家的镁合金制品会逐步向我国转移，我国汽车、通信

和电子业将面临十分严峻的形势，同时也为提升镁合金制品品质及其出口附加值提供了更大的机遇。因此，进一步发展的市场定位是全球化多层次高品质镁合金制品的开发和制造。扩大出口，以低成本、高附加值产品参与国际竞争将成为开拓镁合金市场的一个巨大的发展空间<sup>[1, 11, 14]</sup>。

## 1.6 超声波原理及其特性

### 1.6.1 超声波原理

超声波通常指频率大于20000Hz的高频声波。在强度较低时，超声波可以作为探测负载信息的载体与媒介，称为检测超声；当其强度超过一定值，则与传声媒质相互作用，可以改变以至破坏传声媒质的状态，性质及结构，称为高能超声或功率超声。

1. 超声波是机械波在传播过程中其能量可为介质吸收而衰减。在均匀介质中平面波通过极薄的厚度为dx一层介质后振幅的减弱(-dA) 应正比于此处的振幅A，也正比于这厚度dx, 即

$$-dA = \mu A dx$$

比例系数μ与介质的性质和波动的频率有关, 称为介质的吸收系数。经过积分得

$$A = A_0 \exp(-\mu x)$$

由于波的强度与振幅的平方成正比, 所以平面波强度衰减的规律是

$$I = I_0 \exp(-2\mu x)$$

上式表明，波的强度随着传播距离的增加按指数规律衰减<sup>[38, 39, 40]</sup>。

2. 波的反射和折射。声压的幅值为

$$P_m = A \omega \rho v$$

式中,  $\rho$ 为介质密度,  $v$ 为介质波速。 $A \omega = u_m$  是介质质元振动的幅值。设 $Z = \rho v$ , 则 $P_m / u_m = Z$ , 即当声压幅值 $P_m$  确定时,  $Z$ 值增大, 则 $u_m$  减小, 形式上和欧姆定律相似,  $Z$ 和电阻相当, 故称之为介质的声阻抗。

声波在两种不同介质的分界面上将发生反射和折射。反射声波和入射声波的声强之比 $I_r/I_0$  称为声波的反射系数, 用β表示, 当声波垂直入射到分界面上时

$$\beta = (Z_2 - Z_1) / (Z_2 + Z_1)^2$$

式中 $Z_1 = \rho_1 v_1$ ,  $Z_2 = \rho_2 v_2$  分别表示介质1和2的声阻抗。折射声波和入射声波的声强度之比 $I_2/I_0$  称为折射系数, 用α表示, 声波垂直入射时

$$\alpha = 4(Z_1 Z_2) / (Z_1 + Z_2)^2$$

当 $Z_2 >> Z_1$  或  $Z_2 \ll Z_1$  时, 声波的反射系数 $\beta = 1$ , 声波在分界面上几乎发生全反射现象。例如空气和人体软组织的声阻抗相差很大,  $\beta \approx 1$ , 因此, 在超声诊断疾病时, 若直接将探头放在人体软组织上, 则超声波几乎被全反射, 不能进入人体, 所以要在探头与人体间涂上石蜡油作为耦合剂, 使 $\beta$ 降低。<sup>[38, 39, 40]</sup>

## 1.6.2 超声波特性

超声波具有以下4个基本特性<sup>[39, 41]</sup>:

1 束射特性。超声波波长短, 可以集中成一束射线。

2 吸收特性。超声波在空气, 液体和固体中均会被吸收。空气中的吸收最强烈, 固体中的吸收最弱。

3 高功率。根据超声波的声强公式

$$I = \frac{1}{2} \rho u A^2 \omega^2$$

声强 $I$ 与振动频率 $\omega$ 的二次方成正比。超声波在介质中传播时, 介质质点振动的频率越高, 功率越大。因此, 超声波的功率可以比一般声波的功率大得多。大功率超声简称功率超声。由于频率高, 超声波的功率比一般声波大的多, 它不仅能使所作用的介质产生急速运动, 甚至会破坏其分子结构。

4 引起空化作用。超声波在液体中传播时由于超声波与声波一样是一种疏密的振动波, 在传播过程中, 液体时而受拉时而逐级压。液体能耐压, 而承受拉力的能力很差。当超声波的波强度足够大时, 液体因承受不住拉力而发生断裂(特别是在含有杂质和气泡的地方), 从而产生近于真空或含少量气体的空穴。在声波压缩阶段, 空穴被压缩直至崩溃。在崩溃过程中, 空穴内部可达几千摄氏度的高温和几千个标准大气压的高压。此外, 在小空穴形成过程中, 由于摩擦而产生正、负电荷, 在空穴崩溃时, 产生放电、发光现象。超声波的这种现象, 称为空化作用。

上述4个基本特性使超声波在媒体中导致如下5种效应: 力学效应, 热学效应, 光学效应, 电学效应和化学效应。

## 1.7 金属熔体超声孕育处理和凝固研究现状

### 1.7.1 超声孕育处理对凝固组织的影响

细化铸造合金组织的方法很多, 而把超声波导入金属熔体中则是一种有效的方法。关于超声使凝固组织细化的机理有二: 一是空化和声流的机械力使晶粒(枝晶等)破碎引

起“形核增殖”<sup>[42]</sup>；二是空化高压造成熔体的瞬时局部过冷，减小临界晶核半径，从而提高形核率，这称之为“动态成核”<sup>[43]</sup>。

国外对超声波铸造技术研究已取得了很多经验结果，并在生产中得到了应用。在钢锭结晶过程中，对其施加超声波振动，使钢锭组织明显细化，致密度提高。将超声波振动施加于Mg合金熔体连续铸造过程，使铸件表面质量得到明显改善，出型容易，晶粒细化，而且合金连续铸造铸件的表面偏析减轻。也有将超声波应用于快速凝固和为微晶合金中，探讨超声波对合金组织和性能的影响。国内这方面的研究报道较少，而且在实验和理论上进展都不大。通过对施加超声波振荡的合金试样金相组织观察可知：（1）超声波能够细化合金的微观组织，改善第二相的形态，并使第二相分布的更为均匀。（2）超声波能够提高合金的机械性能。

### 1.7.2 超声孕育处理对金属熔体结晶过程的作用

超声对结晶过程的影响主要有两个方面：一是对过饱和溶液晶体生长的影响，另一方面是在金属凝固过程中对晶粒结构的影响。强超声能加速有机和无机过饱和溶液核晶的形成过程，抑制晶体生长而得到更细更均匀的晶粒。对于超声波细化晶粒的机制研究，国外学者提出了众多理论，目前大多数学者都认为起主要作用的是空化效应和声流效应。熔融金属在固化过程中进行超声处理会使晶粒变细，改变其中一些物理机械性质，如延伸率，强度和变形特性等等。

对一定的合金而言，在一定条件下，晶粒大小主要取决于过冷熔体的形核率和晶体的成长速率。形核率高，核心多，生长速率慢，晶粒就细；反之晶粒就粗大。对于超声而言其细化机理最主要的是<sup>[44]</sup>：

#### （1）超声的破碎作用

超声在金属凝固过程中产生的声空化主要作用是：超声处理过程中同时形成大量的空化气泡，空化泡在超过一定的阈值的声压下发生崩溃并产生冲击波，而这一切均是在极短的时间里，以很高的频率发生的。空化泡在崩溃后变为大大小小的气泡，其中大的气泡在声空化的作用下将继续崩溃，从而促使空化泡不断产生、崩溃，不断产生冲击波，这样在声空化作用下，已结晶长大的晶粒被急剧的冲击波打碎，抑制了晶粒的长大，使晶粒得到细化的同时，晶体也得到了均匀弥散。还有在空化过程中，在熔体中存在局部性的极高压力，这便形成了以气泡为中心向外传播的强烈冲击波。在高压高温和声空化所产生的冲击波的共同作用下，晶体尖锐棱角变钝，体积变小。

#### （2）超声的生核作用

超声波除了能够打碎长大的晶粒，使晶体得到均匀弥散外，还能增加凝固过程中的晶核形核率。在声空化泡形成长大过程中，其尺寸迅速增大，导致其内部的液体蒸发。空化泡的增大和内部液体的蒸发会从周围吸收热量，这将导致空化泡表面的金属熔液的温度降低，造成局部过冷，因此在空化泡的附近形成晶核，使晶核的形核率增加，组织得到细化。

在空化泡崩溃过程中，产生的强烈冲击波又会击碎初生晶体和正在长大的晶体，使之成为破碎的晶体质点，在声流的搅拌作用下，弥散地分布于熔池熔体中，提高了生核率，同时产生的强烈冲击波也会在熔体内造成很大的压强，压力的增加也将使晶核的形核率增加。所以凝固后基体晶粒变成细小、均匀的等轴晶粒。(3) 超声的均匀化作用

声流的形式是环流与紊流的结合。声流使得金属熔液能够上下翻动，使金属熔液受到一定的搅拌作用，因此可以明显提高温度场和化学成分的均匀性。整个熔体温度的均匀化，所以使其凝固方式由逐层凝固变为体积凝固，这样抑止了柱状晶组织，生成的组织为均匀等轴晶组织；化学成分的均匀化，消除了凝固后的偏析现象。超声波振动使整个熔体的温度均匀化，浓度均匀化，且破碎的晶核可作为非自发形核的核心，使凝固方式发生变化<sup>[45]</sup>。

## 1.8 金属熔体超声孕育处理在镁合金中的应用优势

在金属熔体超声孕育处理实验中，变幅杆将超声能量导入介质的关键部件。由于其在高温状态下工作，熔融金属再加上空化的腐蚀，使得变幅杆消耗极其严重。一方面降低了超声系统工作效率，更为严重的是污染了金属熔体，影响铸坯的性能。因此，变幅杆材质选择是应用功率超声系统首先要解决的问题，变幅杆既要与高温熔体保持良好的能量耦合，又要尽可能地减少高温腐蚀。变幅杆材料的选择需要满足以下条件：1) 在工作频率范围内材料的损耗小；2) 材料疲劳强度高，而声阻抗率小；3) 易于机加工，作液体处理应用时还要求变幅杆的辐射面所用材料耐腐蚀。

本实验考虑到用外加超声场作为镁合金组织细化的手段，正是由于铁在镁熔体中的溶解度极低、声阻抗率小、易于机加工等一系列优点，使得铁质超声变幅杆在超声孕育处理过程中的应用成为可能。这样既不会侵蚀变幅杆又不会污染熔体，因此利用超声孕育处理细化镁合金组织具有非常大的应用潜力。

## 1.9 金属熔体超声孕育处理与凝固技术前景

关于超声波对金属凝固过程作用的研究始于 20 世纪 30 年代，60 年代出现了高潮，

而 70 到 90 年代却无太大的进展，对变幅杆耐高温性能和对超声波大功率要求限制了该技术的应用，尽管很早以前就在过冷溶液及熔体中用超声除气、形核及长大等方面取得了效果<sup>[46]</sup>，但只是在 20 世纪 90 年代才将这种熔体处理成功运用于冶金工业。

值得注意的是，人类进入 21 世纪后，一方面，从环境材料的角度出发，超声波物理场细晶强化成为金属材料理想的强化手段。另一方面，物理、材料和电子等领域科学技术的飞速发展使大功率超声设备和耐高温变幅杆的生产成为可能，特别是非接触式电磁超声波的诞生为该技术在金属的制备中的应用开辟了更广阔的空间。

俄罗斯科学家运用超声处理方法解决了高强铝合金铸锭开裂的难题，成功的铸造出无开裂的重达 10 吨的铝合金铸锭，受到国际瞩目。因此，我们相信超声凝固技术将会再度成为材料领域的研究热点。

## 2.0 研究目的、方法和内容

本文尝试通过超声孕育处理 AZ 及 AS 系列镁合金熔体来探讨超声细化凝固组织的可能性，并初步探讨了超声对合金凝固组织及力学性能影响的规律与机制，为开发超声凝固细晶技术提供理论与实际依据。

为了确定应用超声孕育处理合金熔体在本次实验条件下的有效性以及确定最佳的超声孕育处理条件，本实验应用功率超声对镁合金进行超声孕育处理，分析在不同熔体温度下进行不同功率、不同时间、不同脉宽和不同周期的超声孕育处理对合金宏观、微观组织及力学性能的影响；利用 Leica 软件对 AZ80 镁合金中的第二相的平均尺寸及分布特点做定量的分析；本文尝试了一种新的关于镁合金的腐蚀方法，可以在偏振光下清楚的看到组织晶粒，并对组织晶粒度和晶粒度等级作定量的评定。

## 第二章 实验方法及内容

### 2.1 实验的材料及准备

#### 2.1.1 试验材料

本试验选用的材料是镁合金 AZ80、AZ91 及 AS41，合金化学成分如表 2.1~2.3。

表 2.1 AZ80 合金化学分析组成

Table 2.1 Chemical composition (mass%) of AZ80 alloy

Element	Al	Zn	Mn	Fe	Mg
Ingot	7.76	0.41	0.19	0.005	Bal.

表 2.2 AZ91 合金化学分析组成

Table 2.2 Chemical compositions (mass%) of AZ91 alloy

Element	Al	Zn	Mn	Fe	Mg
Ingot	8.83	0.45	0.28	0.008	Bal.

表 2.3 AS41 合金化学分析组成

Table 2.3 Chemical compositions (mass%) of AS41 alloy

Element	Al	Si	Mn	Mg
Ingot	4.1	1.1	0.22	Bal.

#### 2.1.2 试验装置

##### (1) 简化图

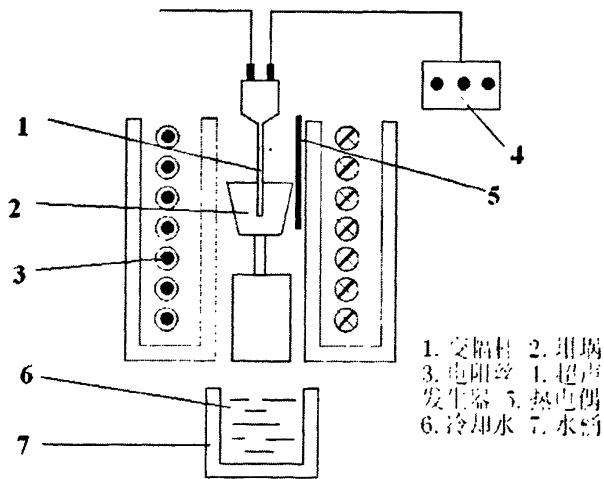


图 2.1 超声设备装置图

Fig. 2.1 Schematic illustration of configuration of ultrasonic apparatus

## (2) 试验设备

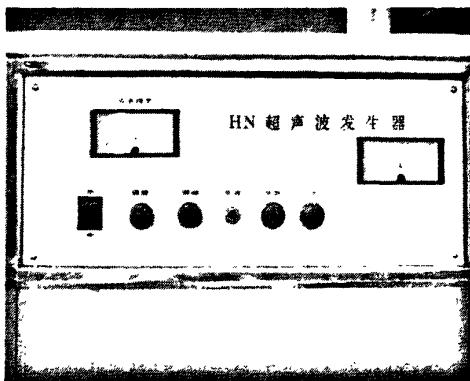


图 2.2 超声波发生器

Fig. 2.2 Ultrasonic generator

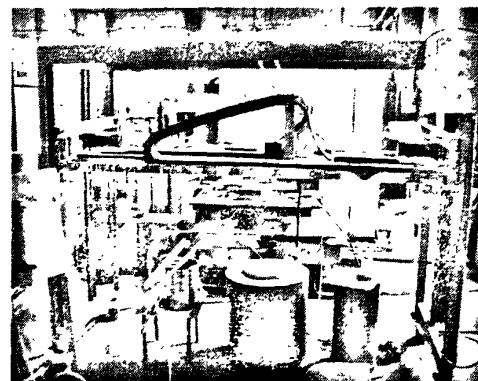


图 2.3 试验设备

Fig. 2.3 Experimental device

图 2.2 为 HN 超声波发生器, 可以为试验提供最大功率为 1500W 的连续和脉冲超声波, 图 2.3 为主体试验平台, 包括有两个电阻加热炉、变幅杆移动装置、阻燃气体 ( $\text{CO}_2+0.5\% \text{ SF}_6$ ) 通气设备、铁制坩埚、石棉手套、坩埚钳、水桶、秒表以及其它辅助设备。

## 2.2 试验方案及方法

### 2.2.1 试验流程图

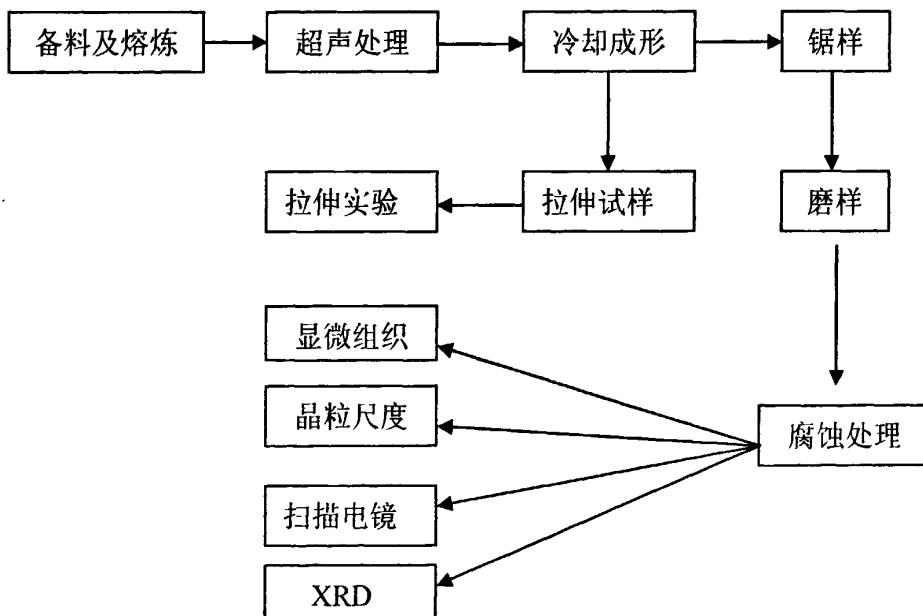


图 2.4 实验流程图  
Fig. 2.4 The flow chart of experiment

## 2.2.2 试验方法

### 1. 备料

先将备好的合金用电锯锯成边长在30mm以下，高度80mm以下的块料以便将其放入实验坩埚中。

### 2. 准备工作

备料完成后须准备好两个尺寸一样的实验坩埚，电阻炉和超声装置都应快速通上电，准备好一桶冷水用来快速冷却从炉子中拿出的熔体，检查通气装置使其时刻保持气体畅通；实验人员在实验前应明确分工以避免影响实验进程甚至实验结果；最后还应该注意的是镁合金在高温下易与水发生剧烈的化学反应导致爆炸，因此保护实验人员和实验仪器的安全是必要的。原则是杜绝高温的镁与水接触，即坩埚在加料前后都应进行干燥处理，镁熔体在水中冷却时实验人员也应避免刚出炉的高温镁合金液体与水反应。

### 3. 实验进行

将预先准备好的原料放入锥形坩埚（上口内径 $\phi 40\text{mm}$ ，底部内径 $\phi 20\text{mm}$ ）中，用夹子放入5000W的电阻加热炉中进行熔炼，同时，将变幅杆放在6000W的电阻炉中加热，将其调至与处理温度一致的温度；当熔体温度达到要求的温度时，揭开炉盖，用扒渣勺扒掉表面的炉渣，然后立即将变幅杆插入熔体当中，变幅杆位置在离熔体表面2cm左右，然后加预定大小的超声；在预定的时间后，升高变幅杆，立即将熔体放入水中冷切。由于镁合金易于腐蚀和氧化，所以，在超声处理之前要进行除渣，吹气（ $\text{CO}_2+\text{SF}_6$ 混合气体）处理，以防止氧化将实验的条件做好记录。

## 2.3 组织性能及检测方法

### 2.3.1 金相试验

金相实验是研究金属材料组织最常用的手段，实验对合金的铸态组织及挤压变形后的组织进行的金相观察，并分析研究了其宏观组织、显微组织以及偏振光下的晶粒度。

#### 2.3.1.1 金相试样的制备

在AZ80、AZ91、AS41铸锭中部沿垂直轴线的横断面取样（距坯料上表面约1厘米），然后锯成四分之一圆作为组织观察的试样，同时对不同条件下制备的试样标号。

将选取的金相试样采用标准金相试样制备方法依次经400，1000，1500，2000号水

磨砂纸粗磨，使表面非常平整，肉眼只能观察到同一方向的细微磨痕；然后进行机械抛光，直到表面只有细微的抛光痕，抛光是能否快速制取合格式样的关键，本试验为了防止抛光时镁合金的氧化，采用酒精抛光法；抛光结束后，用多次过滤沉淀后的轻质氧化镁悬浮液润湿鹿皮，再将试样在鹿皮上精抛，直到在显微镜下看不到抛光痕时方可进行腐蚀处理。本实验对AZ80、AZ91所用腐蚀液为8%硝酸和酒精混合液，腐蚀时间为15s~20s，腐蚀后立即用酒精冲洗表面，再用吹风机吹干（冷风），得到待观察所需的试样，实验对AS41不做腐蚀处理。

### 2.3.1.2 宏观组织观察

本实验对AZ80、AZ91、AS41的宏观腐蚀尝试了两种腐蚀剂，其配方如下：一号腐蚀剂，酒精150ml，蒸馏水50ml，冰乙酸1ml；二号腐蚀剂，苦味酸3g，酒精50ml，蒸馏水5ml，冰乙酸2.5ml。腐蚀方法是将抛光的试样浸入室温下的腐蚀液中，并轻轻摇动若干秒，随后立即用无水乙醇清洗并用热风吹干，最后用体视显微镜对腐蚀试样进行宏观照片拍摄。

### 2.3.1.3 枝晶组织观察

本实验对AZ80、AZ91所用腐蚀液为8%硝酸和酒精混合液，腐蚀时间为15s—20s，腐蚀后立即用酒精冲洗表面，再用吹风机吹干，得到待观察所需的试样。由于AS41抛光后不做任何处理时其初晶硅与共晶硅相在光学显微镜下已经很清晰，所以本实验对AS41不做腐蚀处理。随后用Leica显微镜采集合金的金相照片，照片的倍数分别采用100倍，200倍，500倍。

### 2.3.1.4 晶粒度观测

目前，镁合金组织和晶粒度的腐蚀和观察有如下几种方法：一种方法是传统腐蚀方法，即试样不经固溶处理直接用传统腐蚀剂进行腐蚀和观察。根据不同的目的腐蚀剂有多种，常用的是含苦味酸或者硝酸的腐蚀剂<sup>[3]</sup>，腐蚀后在普通光学显微镜或者SEM下进行观察。这种方法可以用来观察铸态试样的枝晶组织，但不能观测晶粒度。另一种方法是试样经过固溶处理，然后进行腐蚀观察。采用这种方法可以清晰的观测晶粒度，但固溶处理后会造成晶粒长大，枝晶组织消失，铸态形貌严重失真。

本实验对镁合金晶粒度观测研究并尝试了新的腐蚀剂，并采用了偏振光的观察方法。腐蚀剂成分如表2.4。

表 2.4 腐蚀剂成分  
Table 2.4 Chemical composition of corrosive

编号	腐蚀剂成分
1	酒精150ml+蒸馏水50ml+冰乙酸1.2ml
2	苦味酸6.5g+酒精100ml+蒸馏水10ml+冰乙酸5ml
3	硝酸1ml+乙二醇60ml+蒸馏水20ml+冰乙酸20ml

采用Leica显微镜对腐蚀后的试样进行偏振光的观察，晶粒尺寸参照ASTM E112-95标准，采用截线法对晶粒度进行评定。每张照片测量三个不同位置的晶粒度，如图2.5所示，连续测量同样超声孕育条件下试样中心位置三个不同部位金相照片的晶粒度，然后对晶粒度取平均值。具体测量方法如下：

晶粒平均直径或平均截线长度  $\bar{L}_2$  的测量可用线分析法或计点法

$$\begin{aligned}\bar{L}_2 &= \frac{L_T}{N} = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L} \\ \bar{L}_2 &= \frac{L_T}{NM}\end{aligned}$$

式中：  $N_L$  为单位测量线上的晶粒个数；

$L_T$  为测量线总长度；

$N$  测量线穿截的晶粒个数；

$M$  为放大倍数；

$P_L$  为单位测量线上的晶界交截点数。

由上式可以导出晶粒平均直径  $\bar{L}_2$  与晶粒度等级  $G$  和晶粒平均面积  $\bar{A}$  的关系。

$$\bar{A} = \frac{3}{8} \pi \bar{L}_2^2$$

$$N_A = \frac{1}{\bar{A}} = 8 / (3 \pi \bar{L}_2^2)$$

$$G = \frac{\log N_A}{\log 2} - 3 = -3.24 - 6.64 \log \bar{L}_2 (\text{mm})$$

$$= -10 - 6.64 \log \bar{L}_2 (\text{cm})$$

$N_A$  为  $1 \text{ mm}^2$  内晶粒个数；

$G$  为晶粒等级；

$\bar{A}$  为晶粒平均面积。

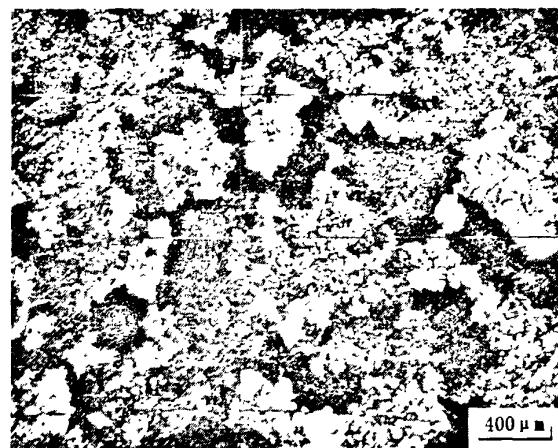


图 2.5 晶粒度测量示意图  
Fig. 2.5 Schematic illustration of grain size measurement

### 2.3.2 扫描电镜 (SEM) 及能谱分析

为了研究 AZ80、AZ91 合金铸态组织中合金元素和第二相的分布状况，进行了扫描电镜 (SEM) 及能谱分析实验。使用的工作电压为 15kV，所观察试样使用相应的金相试样但腐蚀程度更深些。对试样分别进行高倍数图片采集，打点检测及线扫描、面扫描。面扫描使用高分辨率的波长分散型与能量分散型相结合的 X 光分光仪，以确定合金晶粒内部溶质含量以及表面元素分布。

### 2.3.3 XRD 实验

为了定性分析 AZ80 和 AS41 合金中可能所包含的可能物相以及定量分析合金中相结构的变化，进行了 XRD 分析。实验在日本理学产的 X 射线衍射仪上进行。扫描角度：10°~90°；扫描速度：5°/min；靶材：Cu 靶；加速电压：40 kV；灯丝电流：30mA。

### 2.3.4 力学性能测试实验

材料的力学性能(又称机械性能)是反映材料在力或能的机械作用下，或其他物理、化学因素的共同作用下而显示出的宏观及塑性大小的总称。本实验对变形后的 AZ80 镁合金分别进行拉伸实验，利用实验后所得数据来评定超声孕育处理的效果。

将铸态棒材加工成设计的拉伸试样，然后进行室温静拉伸实验并记录好实验数据。根据 GB228-87 加工试样，试样尺寸如图 2.6 所示：

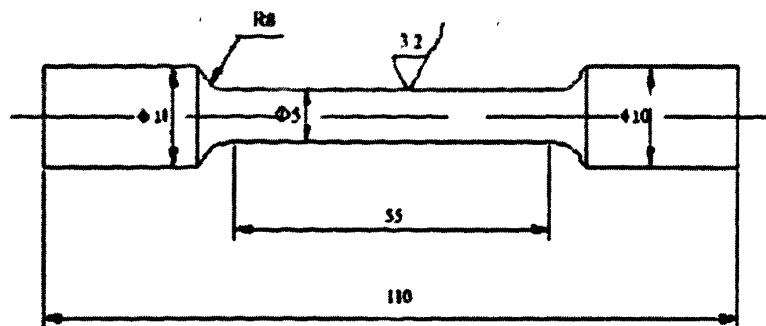


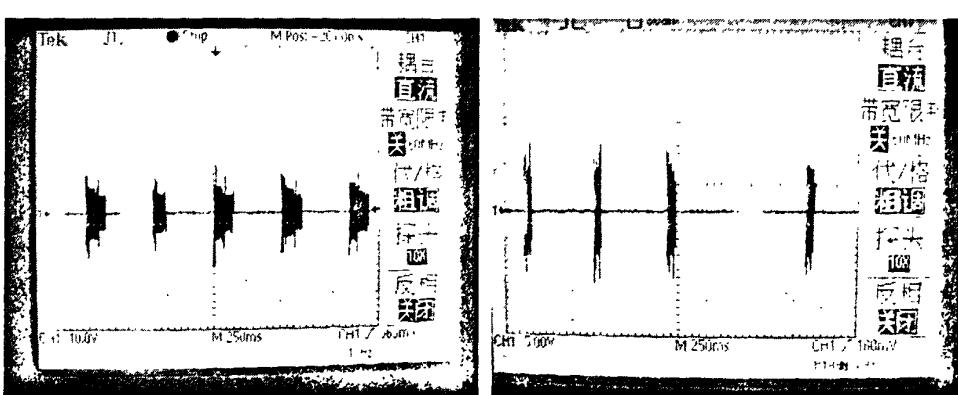
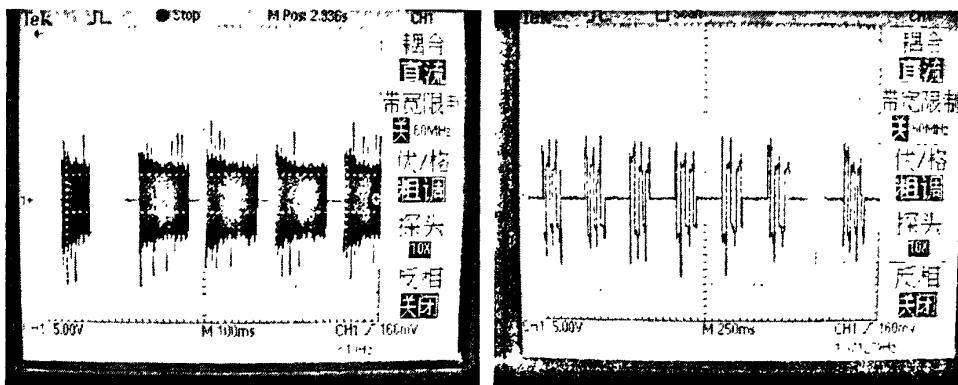
图2.6 拉伸试样尺寸

Fig. 2.6 Specimen dimension for the tensile test

拉伸实验在微机控制电子万能实验机上进行。采用匀速单向位移拉伸，拉伸速率为0.5mm/min。数据通过传感器将数据传输到电脑上，直接读出数据，自动生成图表。

### 2.3.5 脉冲周期与脉宽的测定

脉冲周期与脉宽的测定采用示波仪。在实验过程直接从视频上读数，然后用相机将其界面拍摄，便于以后分析。本实验中部分脉宽与脉冲周期数据如下图所示。



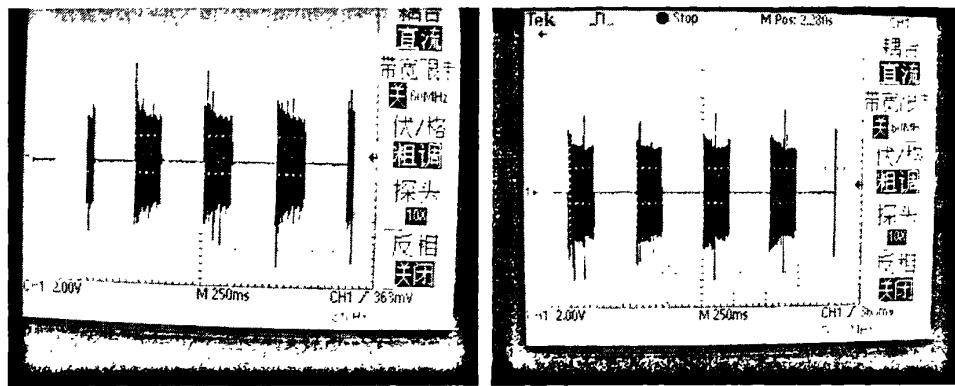


图2.7 部分脉冲周期与脉宽的测量数据

Fig. 2.7 Some measurement data of pulse width and period

# 第三章 连续超声孕育处理对镁合金组织的影响

## 3.1 连续超声功率对合金凝固组织的影响

### 3.1.1 连续超声功率对 AZ80、AZ91 镁合金凝固组织的影响

对于超声孕育处理细化合金组织来说，功率是个极其重要的工艺参数，它直接关系到合金的组织形态。为考察镁合金熔体连续超声孕育处理时超声功率对凝固组织的影响规律，本节研究了 AZ80、AZ91 镁合金熔体分别在液相线温度以上 40℃ 和 80℃ 超声处理一定时间后 (AZ80 液相线温度约为 610℃，AZ91 液相线温度约为 595℃) 超声功率对凝固组织的影响。超声处理以后把熔体随同坩埚直接水冷，观察其水淬组织的变化情况。

#### 3.1.1.1 连续超声功率对 AZ80、AZ91 显微组织的影响

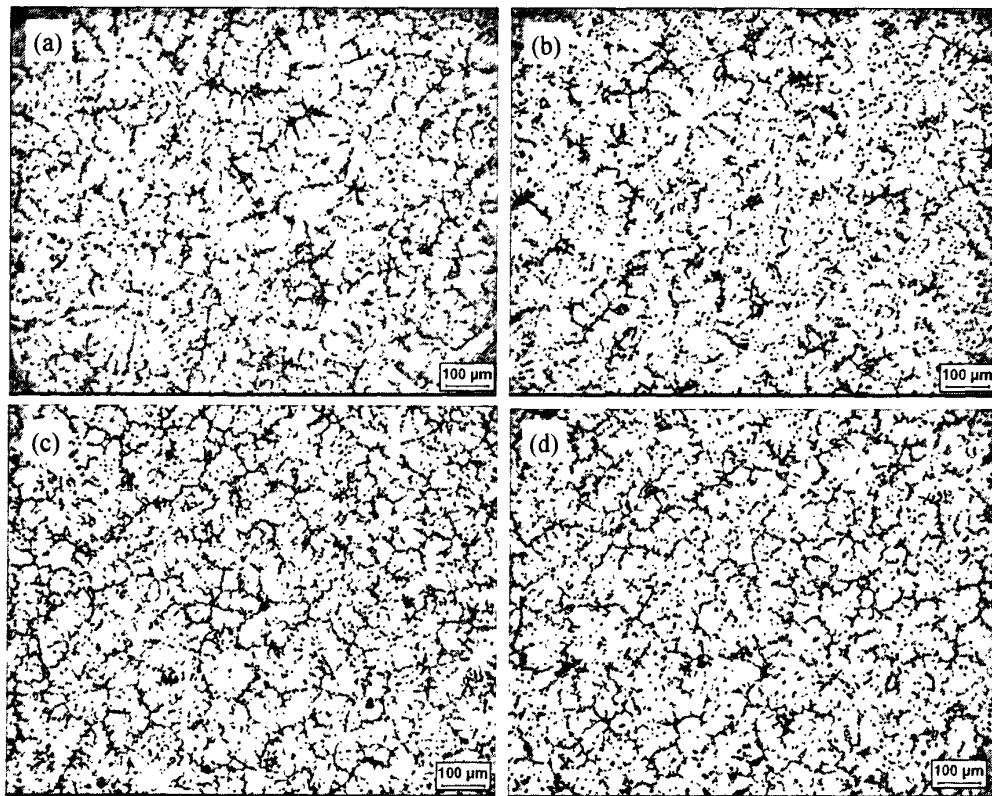


图3.1 连续超声短时(15s)孕育处理时功率对AZ80显微组织的影响(超声孕育温度: 650℃)

Fig. 3.1 Effect of ultrasonic power on the microstructure of AZ80 alloy after short time treatment (15s) of

continuous ultrasonic field (treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 32W×15s; (c) 72W×15s; (d) 226W×15s

图 3.1 是 650℃ 的 AZ80 合金熔体未经超声处理和不同功率的连续超声处理 15s 后的凝固组织金相照片。由图可见，未经超声处理时(图 3.1(a))，AZ80 合金的凝固组织主

要由较为粗大的放射状枝晶构成, 呈瓣状, 较大枝晶平均直径达到  $250\mu\text{m}$  以上; 32W(超声强度为  $4.5\text{W/cm}^2$ )超声处理 15s 时, 见图 3.1(b), 枝晶组织比无超声时有所细化, 枝晶组织出现断裂、分离的现象, 但局部仍有放射状枝晶, 较大枝晶平均直径已减小到  $170\mu\text{m}$  以下; 当功率增加到 72W 时(超声强度为  $10.3\text{W/cm}^2$ ), 见图 3.1(c), 组织明显细化, 放射状枝晶大部分熔断, 成为蔷薇或近蔷薇状组织; 随着超声功率的进一步增加, 达到 226W 时(超声强度为  $32.3\text{W/cm}^2$ ), 见图 3.1 (d), 组织完全由蔷薇组织构成, 而且组织细小均匀。

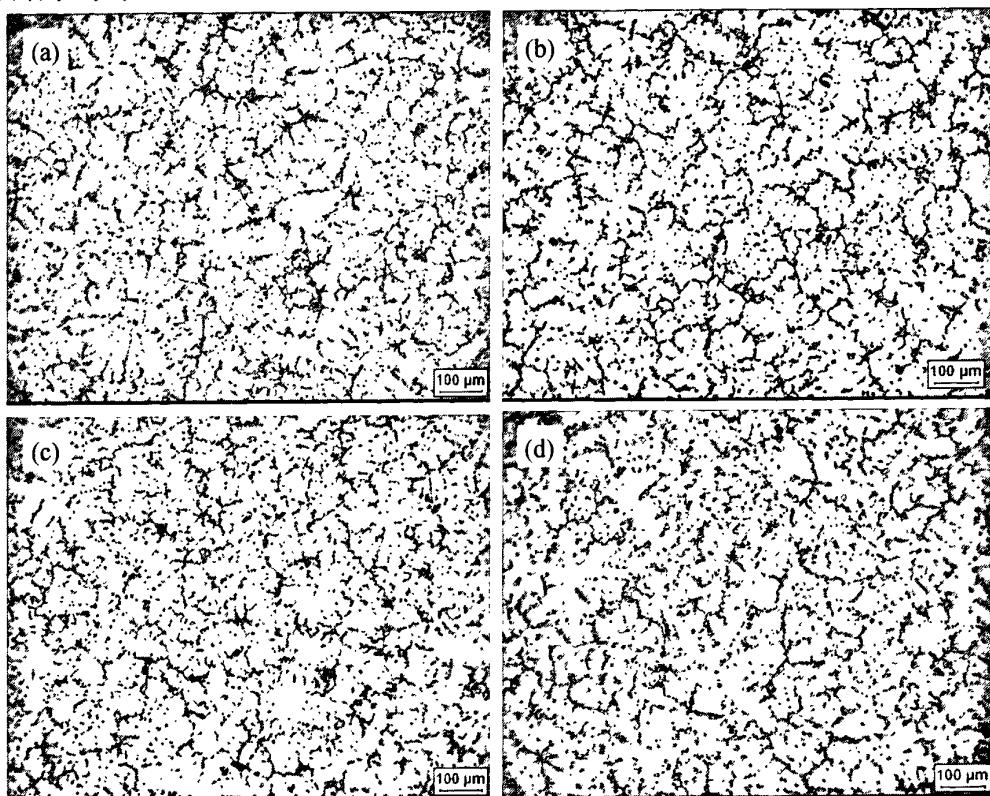


图 3.2 连续超声长时(50s)孕育处理时功率对 AZ80 显微组织的影响(超声孕育温度:  $650^\circ\text{C}$ )

Fig. 3.2 Effect of ultrasonic power on the microstructure of AZ80 alloy after long time treatment (50s) of continuous ultrasonic field (treating temperature:  $650^\circ\text{C}$ )

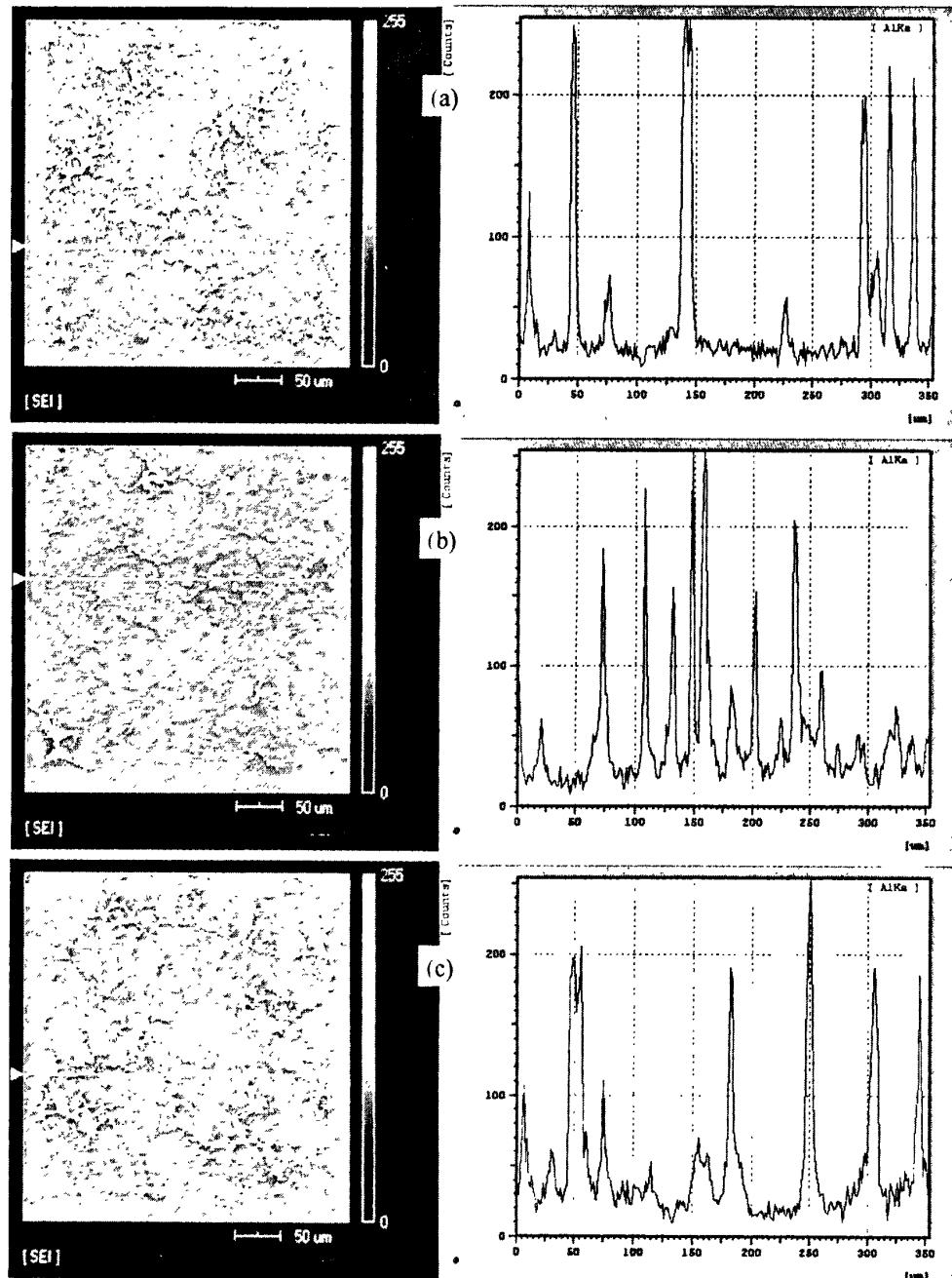
(a) without ultrasonic; (b)  $32\text{W}\times50\text{s}$ ; (c)  $128\text{W}\times50\text{s}$ ; (d)  $226\text{W}\times50\text{s}$

图 3.2 是  $650^\circ\text{C}$ 下不同超声功率处理 50s 时 AZ80 合金的凝固组织。未经超声处理时, 见 3.2(a), AZ80 合金的凝固组织主要由较为粗大的放射状晶构成; 32W 超声处理 50s 时, 见图 3.2(b), 组织比无超声时显著细化, 粗大的放射状枝晶基本消失, 组织多呈现出蔷薇状, 且组织细小均匀, 蔷薇晶平均直径约为  $130\mu\text{m}$ ; 当功率增加到 128W 时, 见图 3.2(c), 组织进一步优化, 蔷薇状组织变的更圆整; 随着超声功率继续增加, 达到 226W 时, 见图 3.2(d), 大部分组织依然由蔷薇晶构成, 但蔷薇晶尺寸有所增大, 且局部出现小的放射状枝晶, 其平均直径约为  $180\mu\text{m}$ , 组织仍比无超声处理时细小。

分析可见,短时超声孕育处理时,随着超声功率的增大组织呈不断细化的而长时超声孕育处理时,组织随超声功率的增大呈先细化后粗化的变化趋势。

为了考察连续超声功率对 AZ80 镁合金组织中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相及主合金元素微分布的影响,本文对凝固组织进行 SEM 分析。

图 3.3 为 AZ80 镁合金熔体在不同超声功率处理条件时铸锭中心部位组织 Al 元素的线扫描图象,图 3.4 是其 SEM 图象与 Zn 元素分布图。



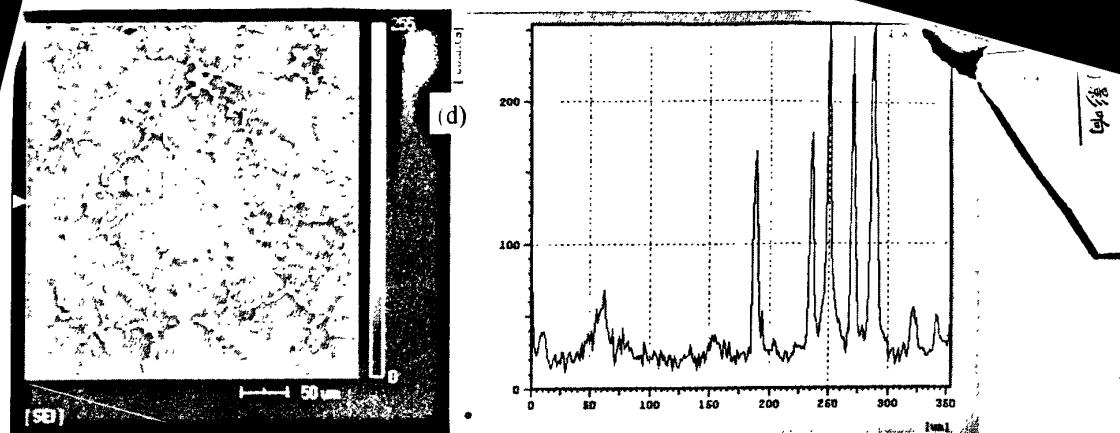


图 3.3 AZ80 组织中的 Al 元素 SEM 线扫描 (超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.3 SEM images of AZ80 and the distributions of Al

(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 32W×50s; (c) 128W×50s; (e) 226W×50s

AZ80 镁合金中的 Al 元素在合金中起到固溶强化的作用，当合金中 Al 含量低于 10% 时，随着合金中 Al 含量的增加，Al 在  $\alpha$  (Mg) 相中的固溶度增加，强化效果也随之增强。

在线扫描图片中，红色峰的峰值代表线扫描过程中该位置对应元素的含量。由图 3.30 可以看出，形貌相中的白色组织应该为  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$  相，除了部分 Al 溶解在  $\alpha$  (Mg) 基体中，大部分 Al 与 Mg 反应形成  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$ ，而且铝含量从晶界到晶粒中心逐渐减少。从 Al 元素的线扫描可见，无超声处理时，晶界处连续网状的  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$  相所对应的 Al 元素线扫描峰值均大于 200，较大块状的  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$  相所对应的 Al 元素线扫描峰值已超过了 250，局部基体中 Al 元素线扫描峰值小于 10，大部分峰值约为 20；施加超声后，Al 元素分布发生较为明显的变化，尤其是超声功率为 32W 处理 50s 时，大部分晶界处不连续网状的  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$  相所对应的 Al 元素线扫描峰值小于 180，而基体中 Al 元素线扫描峰值大大提高，绝大部分峰值在 30~50 之间，这说明基体中 Al 元素含量增加，这与超声处理后  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$  相数量减少的结果直接相关，即  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$  相减少所释放出来的 Al 多数固溶在基体中，即超声处理促进了基体  $\alpha$ -Mg 的固溶；随着超声功率的增大，Al 元素在基体中的固溶效果变弱，尤其是超声功率增大到 226W 时，晶界与基体中 Al 元素线扫描峰值均接近无超声处理时的状态。

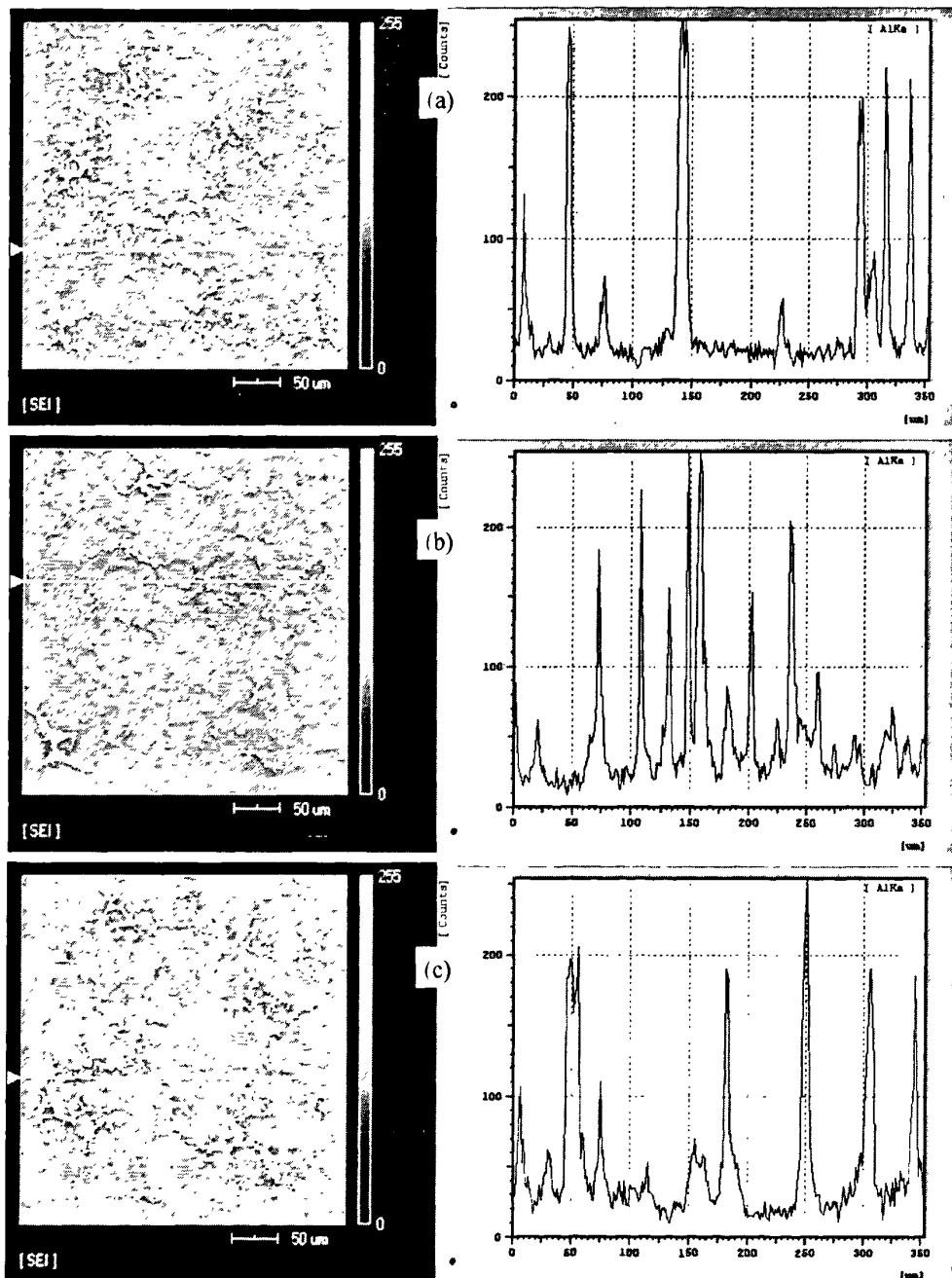
AZ80 镁合金中的 Zn 元素能够增加熔体的流动性，是弱的晶粒细化剂，当 Zn 的含量低于 2% 时，它具有沉淀强化的作用，可以提高铸件的抗蠕变性能。

从 Zn 元素的面扫描可以看到，见图 3.4，元素 Zn 大部分富集在  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$  里，只有很少的 Zn 溶解在基体中，随着超声功率的增加，溶解在  $\alpha$  (Mg) 基体中的 Zn 也略有增加。总的来说，超声孕育处理对 Zn 元素分布的影响不是很明显，这可能是因为

上述分析可见,短时超声孕育处理时,随着超声功率的增大组织呈不断细化的趋势;而长时超声孕育处理时,组织随超声功率的增大呈先细化后粗化的变化趋势。

为了考察连续超声功率对 AZ80 镁合金组织中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相及主合金元素微观分布的影响,本文对凝固组织进行 SEM 分析。

图 3.3 为 AZ80 镁合金熔体在不同超声功率处理条件时铸锭中心部位组织 Al 元素的线扫描图象,图 3.4 是其 SEM 图象与 Zn 元素分布图。



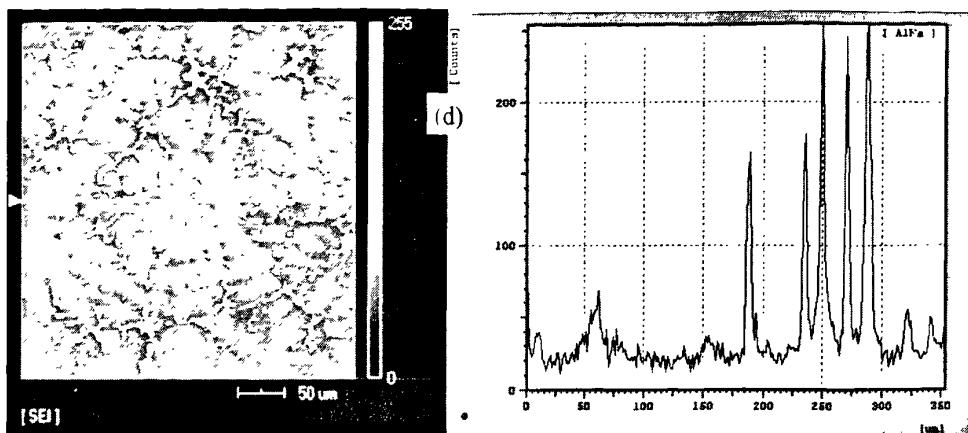


图 3.3 AZ80 组织中的 Al 元素 SEM 线扫描 (超声孕育温度: 650°C)

Fig.3.3 SEM images of AZ80 and the distributions of Al

(treating temperature: 650°C)

(a) without ultrasonic; (b) 32W×50s; (c) 128W×50s; (d) 226W×50s

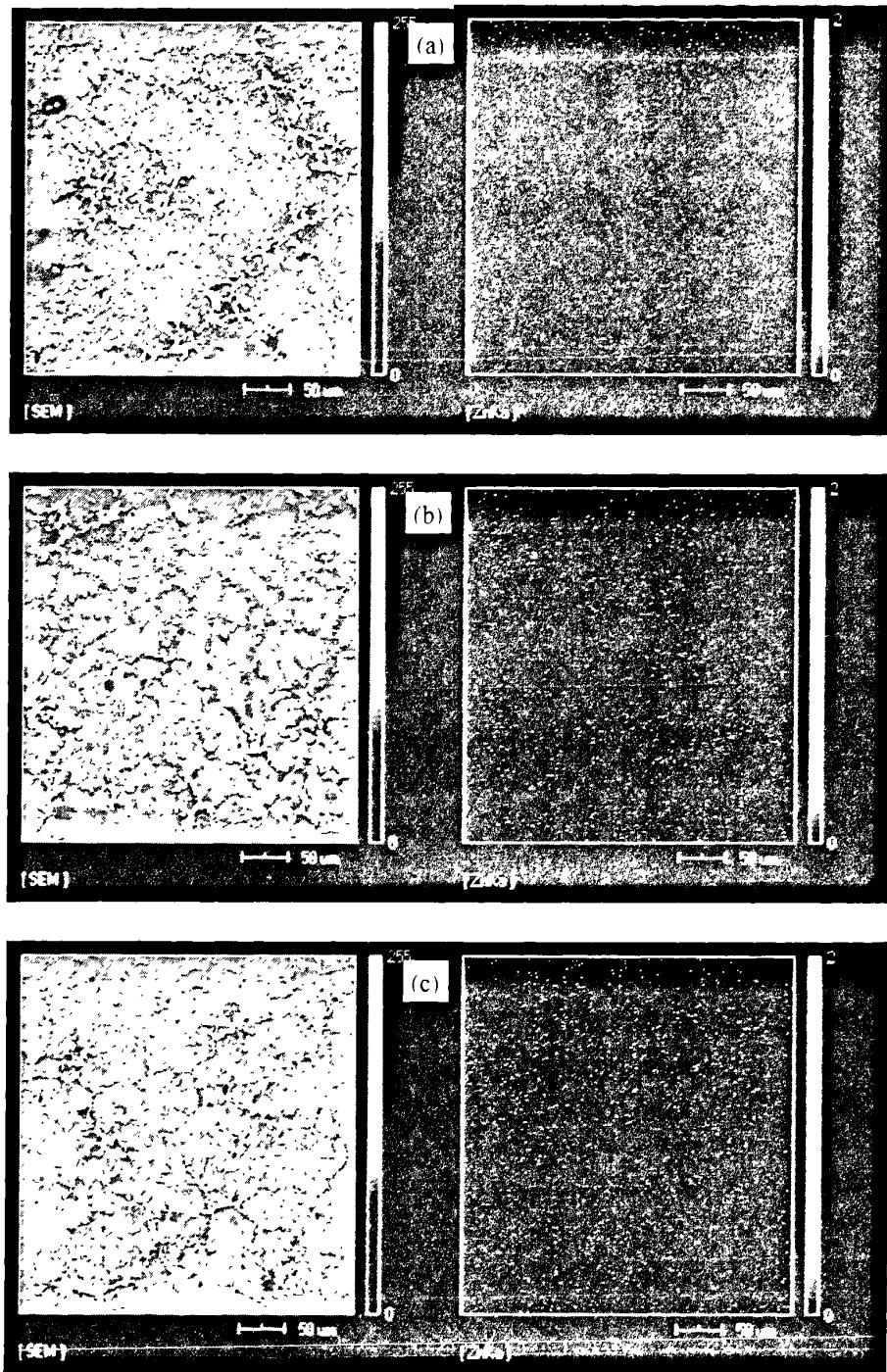
AZ80 镁合金中的 Al 元素在合金中起到固溶强化的作用，当合金中 Al 含量低于 10% 时，随着合金中 Al 含量的增加，Al 在  $\alpha$  (Mg) 相中的固溶度增加，强化效果也随之增强。

在线扫描图片中，红色峰的峰值代表线扫描过程中该位置对应元素的含量。由图 3.30 可以看出，形貌相中的白色组织应该为  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相，除了部分 Al 溶解在  $\alpha$  (Mg) 基体中，大部分 Al 与 Mg 反应形成  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>，而且铝含量从晶界到晶粒中心逐渐减少。从 Al 元素的线扫描可见，无超声处理时，晶界处连续网状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相所对应的 Al 元素线扫描峰值均大于 200，较大块状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相所对应的 Al 元素线扫描峰值已超过了 250，局部基体中 Al 元素线扫描峰值小于 10，大部分峰值约为 20；施加超声后，Al 元素分布发生较为明显的变化，尤其是超声功率为 32W 处理 50s 时，大部分晶界处不连续网状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相所对应的 Al 元素线扫描峰值小于 180，而基体中 Al 元素线扫描峰值大大提高，绝大部分峰值在 30~50 之间，这说明基体中 Al 元素含量增加，这与超声处理后  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相数量减少的结果直接相关，即  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相减少所释放出来的 Al 多数固溶在基体中，即超声处理促进了基体  $\alpha$ -Mg 的固溶；随着超声功率的增大，Al 元素在基体中的固溶效果变弱，尤其是超声功率增大到 226W 时，晶界与基体中 Al 元素线扫描峰值均接近无超声处理时的状态。

AZ80 镁合金中的 Zn 元素能够增加熔体的流动性，是弱的晶粒细化剂，当 Zn 的含量低于 2% 时，它具有沉淀强化的作用，可以提高铸件的抗蠕变性能。

从 Zn 元素的面扫描可以看到，见图 3.4，元素 Zn 大部分富集在  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 里，只有很少的 Zn 溶解在基体中，随着超声功率的增加，溶解在  $\alpha$  (Mg) 基体中的 Zn 也略有增加。总的来说，超声孕育处理对 Zn 元素分布的影响不是很明显，这可能是因为

Zn 的原子分数很小，且并不参与形成新相，一般完全固溶于 Mg 基体中，因此超声不会对之产生明显影响。



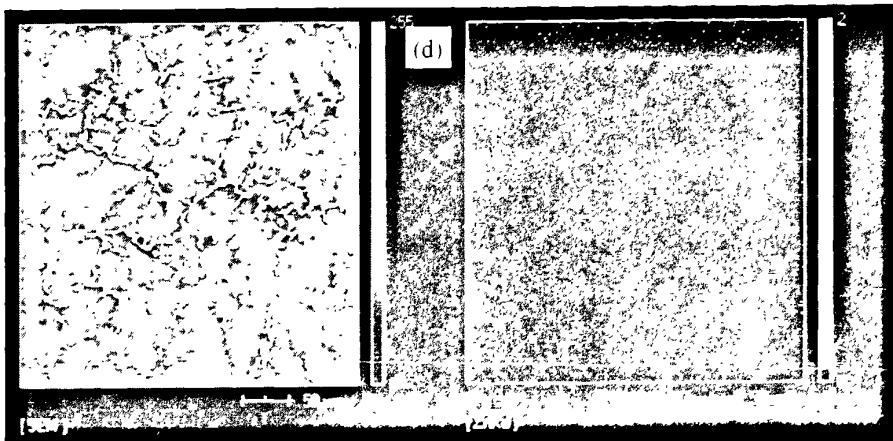


图 3.4 AZ80 组织中的 Zn 元素 SEM 面扫描(熔体温度: 650℃)

Fig.3.4 SEM images of AZ80 and the distributions of Zn  
(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 32W×50s; (c) 128W×50s; (e) 226W×50s

AZ80 合金的平衡组织主要为  $\alpha$  (Mg) 相和  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相，合金的强化相为  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)。 $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相的形态对合金的力学性能有着直接的影响。由于  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相与基体的点阵结构差异较大，当组织中粗大尤其是大块状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相较多时，脆性的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相分布在  $\alpha$ (Mg)相晶界上容易引起位错的集结而阻碍位错的运动，一但外力达到开启位错运动时，那么裂纹会在脆性的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相萌生，使得合金的力学性能急剧下降； $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相细小且呈弥散状析出时起到的强化效果最好，原因是它使得晶体塑性变形时位错滑移时的阻力变小，从而提高了合金的强度与塑性<sup>[53]</sup>。

图 3.5 是 AZ80 合金熔体经不同超声功率孕育处理后铸锭中心部位微观组织的 SEM 图象，放大倍数为 200 倍。每个试样中心不同部位随机扫描三次，然后利用 IPP 软件对单位面积内 ( $306800\mu\text{m}^2$ )  $\beta$  相个数和平均尺寸进行综合分析，统计结果见表 3.1。由图 3.5 可见，未作超声处理时 AZ80 合金的微观组织中包含了大量的骨骼状或大块状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)离异共晶化合物，其主要呈连续网状分布于晶界处。经 Leica 软件分析，未作超声处理时 AZ80 合金组织中单位面积内  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相个数与平均尺寸分别为 869 个/ $306800\mu\text{m}^2$  与  $42.1\mu\text{m}$ ；超声功率为 32W (超声强度为  $4.6\text{W}/\text{cm}^2$ ) 处理时间为 50s 时，连续网状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相变的不连续而且细小均匀，有的甚至转变成了  $\beta$  相质点弥散在组织中，同时  $\beta$  相的个数增加到 1028 个/ $306800\mu\text{m}^2$ ，平均尺寸则下降到  $24.8\mu\text{m}^2$ ；随着超声功率增加到 128W 时，大部分连续分布的块状  $\beta$  相消失，但  $\beta$  相的平均尺寸稍有回升，单位面积内  $\beta$  相的个数开始减少；当超声功率升至 226W 时， $\beta$  相的平均尺寸呈大幅度增加的趋势，单位面积内  $\beta$  相的个数变化不是很明显。单位面积内  $\beta$  相的个数与平均尺寸随功率的变化趋势如图 3.6 与图 3.7 所示。

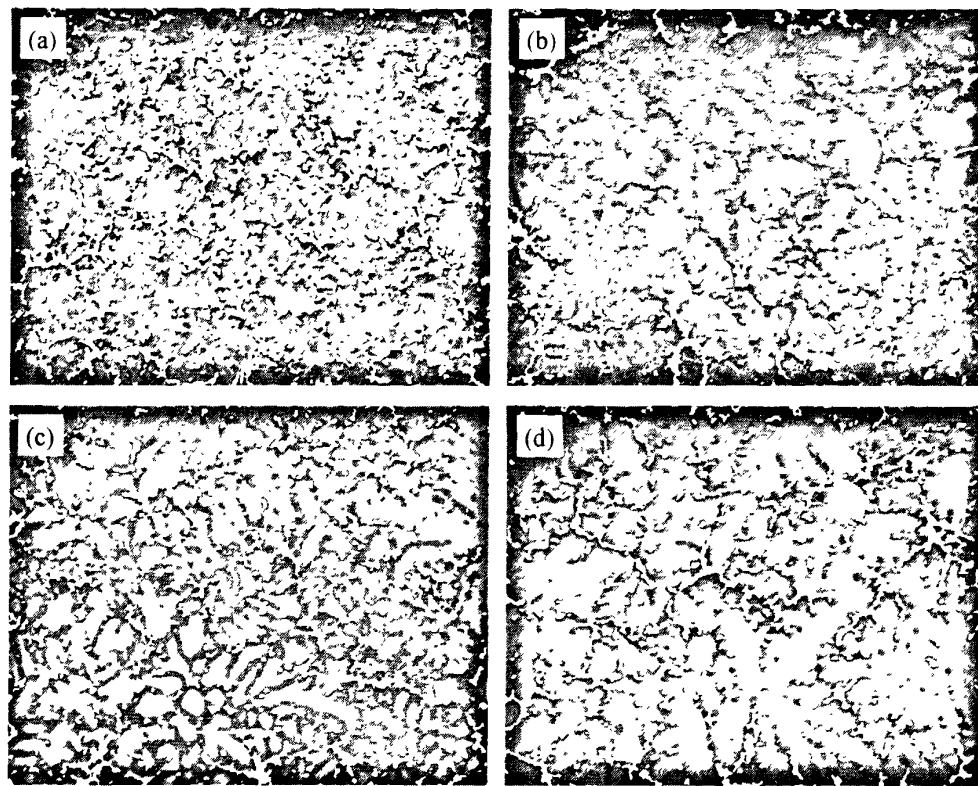


图 3.5 AZ80 合金组织中心部位 SEM 扫描图象 (超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.5 SEM micrographs of AZ80 alloy in the center of samples

(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 32W×50s; (c) 128W×50s; (e) 226W×50s

表 3.1  $\beta$  相的个数和平均尺寸统计表Table 3.1 Statistic data of quantity and average dimension of  $\beta$  phase

Condition	field number	A	B/ $\mu\text{m}^2$	A (mean)	B/ $\mu\text{m}^2$ (mean)
Without ultrasonic	1	956	43.2		
650℃	2	881	35.9	869	42.1
32W×50s	3	769	47.2		
650℃	1	991	29.5		
	2	984	22.8	1028	24.8
	3	1110	22.2		
128W×50s	1	931	25.7		
650℃	2	941	25.7	934	26.7
	3	929	28.6		
226W×50s	1	956	34.6		
650℃	2	978	35.2	923	36.3
	3	833	39.2		

注: A- $\beta$  相的个数; B- 平均面积;

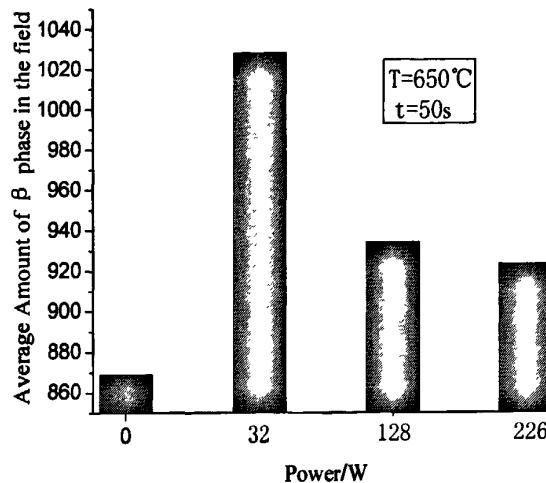
图 3.6 连续超声功率对单位面积内 ( $306800\mu\text{m}^2$ )  $\beta$  相个数的影响关系图

Fig.3.7 The effect of power of continuous ultrasonic on the average quantity of  $\beta$  phase in the field ( $306800\mu\text{m}^2$ )

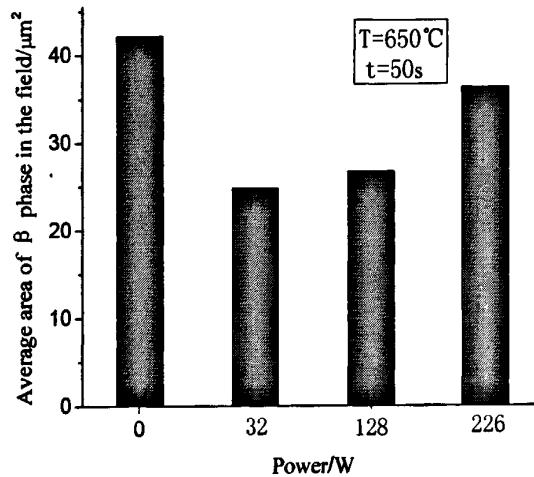
图 3.7 连续超声功率对单位面积内 ( $306800\mu\text{m}^2$ )  $\beta$  相平均尺寸的影响关系图

Fig.3.7 The effect of power of continuous ultrasonic on the average dimension of  $\beta$  phase in the field ( $306800\mu\text{m}^2$ )

从上述分析可见，超声处理对  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的细化效果还是很显著的，尤其超声功率为 32W（超声强度为  $4.6\text{W/cm}^2$ ）处理时间为 50s 时细化效果最佳。结合 3.1.1.2 节分析可知，此条件下所获得的组织晶粒度在同组实验条件下也最小，可以推知其具有优良的力学性能，而 5.1.1 节所测试的力学性能也证实了这一点。

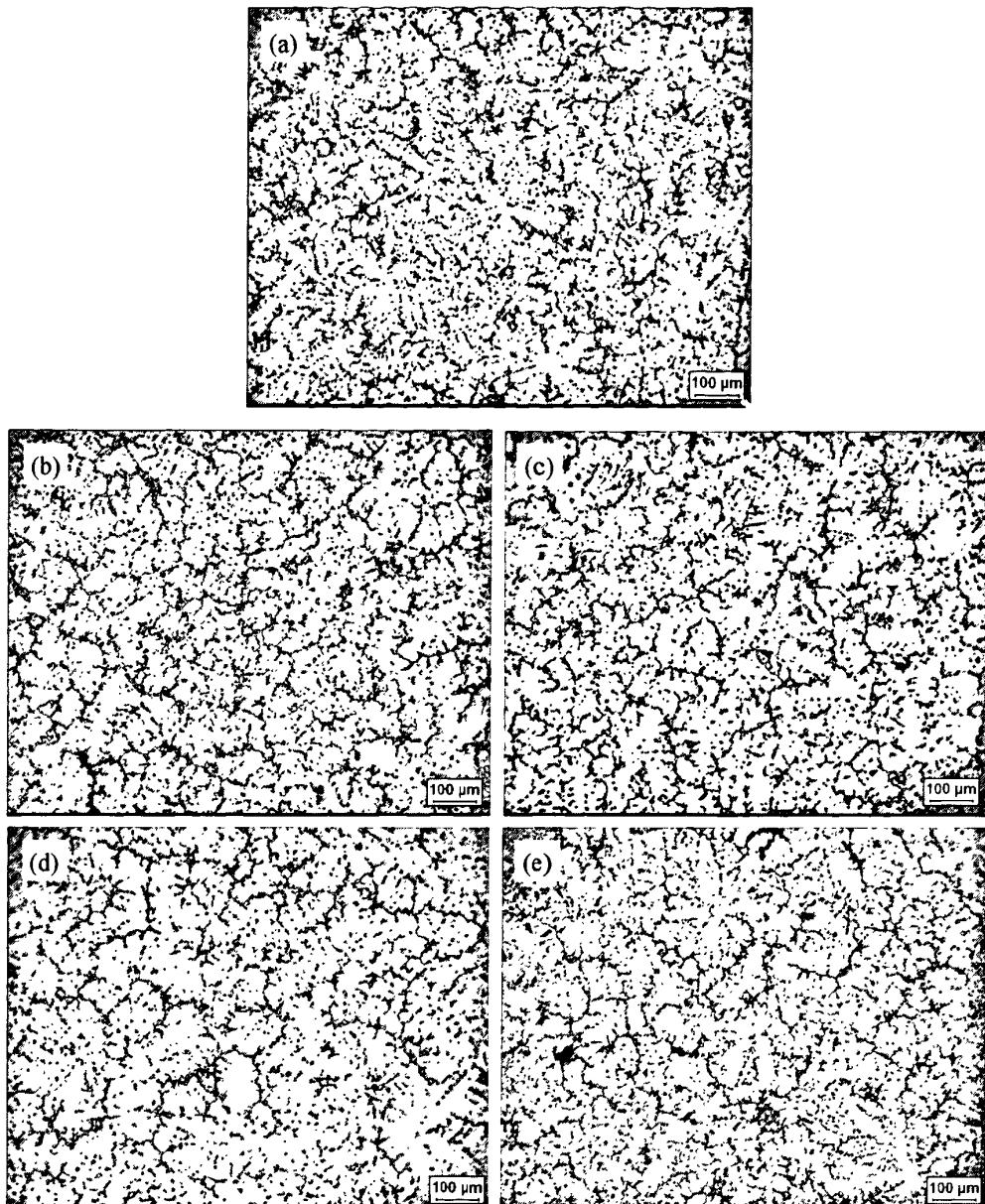


图3.8 连续超声孕育处理时功率对AZ91显微组织的影响(超声孕育温度: 675℃)

Fig. 3.8 Effect of ultrasonic power on the microstructure of AZ91 alloy after treatment of continuous ultrasonic field (treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 72W×50s; (c) 126W×50s; (d) 408W×50s; (e) 652W×50s

图3.8为675℃时不同超声功率处理条件下AZ91合金的铸态组织。其铸态组织以 $\alpha$ (Mg)固溶体为基体, 沿 $\alpha$ 相晶界是不连续网状分布的 $\beta$ (Mg17Al12)相, 以及散布在 $\alpha$ 相中的细小的Mn-Al化合物质点。图3.8(a)是未作超声处理时AZ91的铸态组织图, 由图可见该组织为发达的粗大枝晶结构, 较大枝晶平均直径达到200μm以上, 且枝晶大小分布极不均匀; 超声功率为72W处理时间为50s时, 见图3.8(b), AZ91合金的显微组织得到了较为明显的改善, 枝晶和蔷薇晶组织共存, 其中枝晶比较细小, 蔷薇晶数量比较少; 超声功率为126W处理时间为50s时, 见图3.8(c), 合金的组织变化不是很明显, 多数枝晶

已经熔断，组织基本有蔷薇或近蔷薇状组织构成，但蔷薇晶体有长大的趋势；当超声功率增加到408W时，合金的组织主要由枝晶和蔷薇晶共同构成，但局部出现了放射状枝晶；随着超声功率进一步增加到652W时，AZ91合金的组织中出现了较发达的放射状枝晶，枝晶焊合现象比较严重，且枝晶大小不均，较大枝晶平均直径达到200μm以上，但组织中仍有蔷薇晶存在，比无超声处理时细小圆整。

### 3.1.1.2 连续超声功率对 AZ80 晶粒尺度的影响

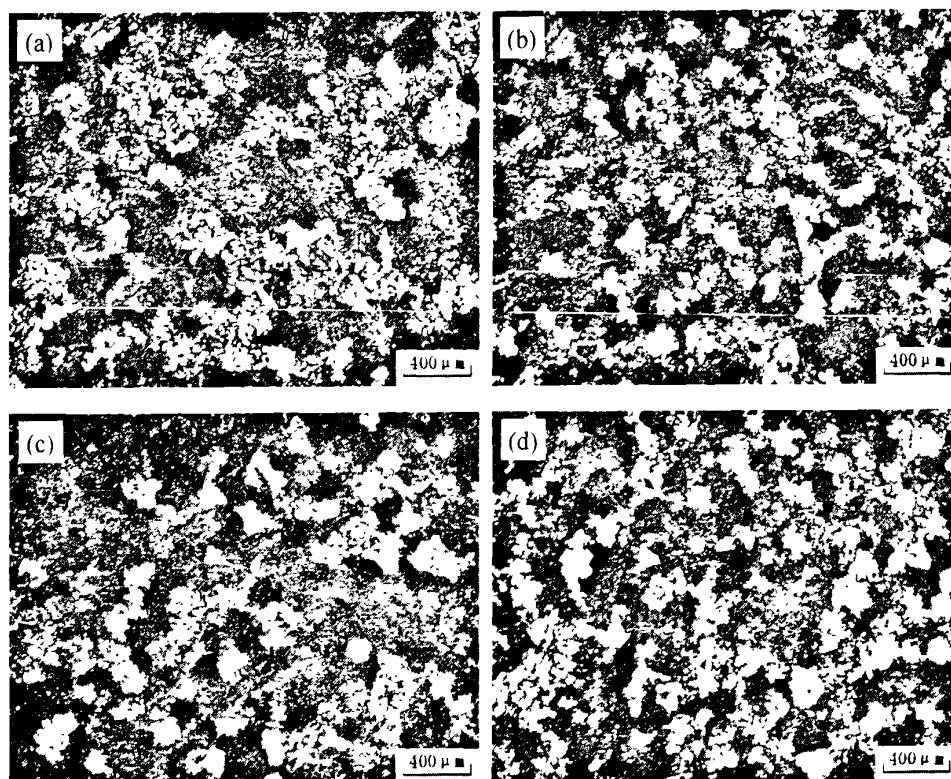


图3.9 连续超声短时(15s)孕育处理时功率对AZ80合金晶粒度的影响(超声孕育温度：650℃)

Fig.3.9 Effect of ultrasonic power on the grain size of AZ80 alloy after short time treatment (15s) of continuous ultrasonic field

(a) without ultrasonic; (b) 32W×15s; (c) 72W×15s; (d) 226W×15s

表 3.2 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 3.2 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/μm	231.5	151.7	144.7	135.2
晶粒度等级 G	1.0	2.2	2.3	2.5

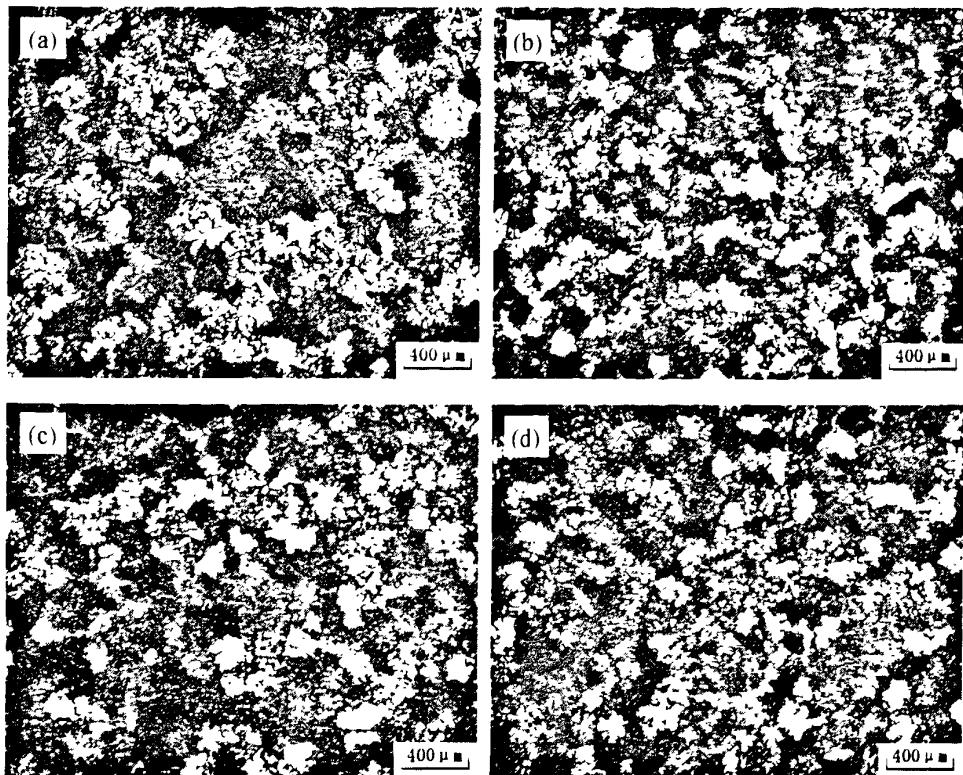


图3.10 连续超声长时(50s)孕育处理时功率对AZ80合金晶粒度的影响(超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.10 Effect of ultrasonic power on the grain size of AZ80 alloy after long time treatment (50s) of continuous ultrasonic field (treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 32W×50s; (c) 128W×50s; (d) 226W×50s

表 3.3 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 3.3 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	136.4	176.2	180
晶粒度等级 G	1.0	2.5	1.8	1.7

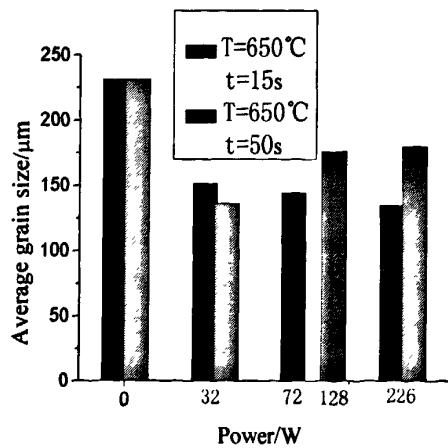


图3.11 连续超声功率对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.3.11 Effect of continuous ultrasonic power on the the grain size of AZ80 alloy

图 3.9 和图 3.10 显示的是 650℃时 AZ80 合金熔体经不同超声功率孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量见表 3.2 和表 3.3，平均晶粒度随超声处理功率的变化趋势如图 3.11 所示。

可见看出，无超声处理时 AZ80 合金组织晶粒粗大，平均晶粒度和晶粒度等级分别达到了  $231.5\mu\text{m}$  和 1.0；超声孕育时间为 15s 时，见表 3.2 和图 3.11，随着超声功率的增大，晶粒呈逐渐细化的特点，尤其超声功率达到 226W 时，其平均晶粒度由原来的  $231.5\mu\text{m}$  减小到了  $135.2\mu\text{m}$ ，同时晶粒度等级也由 1.0 上升到了 2.5，晶粒细化效果较好。超声孕育时间为 50s 时，见表 3.3 和图 3.11，施加 32W 的超声功率时合金晶粒便得到了显著的细化，平均晶粒度下降到了  $136.4\mu\text{m}$ ，这个结果几乎与超声功率为 226W 处理 15s 时相当（晶粒度等级均为 2.5），可见这两组实验条件对 AZ80 镁合金具有相同的晶粒细化效果；随着超声功率的进一步增大，其晶粒度逐渐变大，但仍比无超声处理时小的多。

以上结果表明，在所实验的超声功率范围内，连续超声短时孕育处理时，增加功率晶粒持续细化，而长时处理时，增加功率晶粒则持续粗化。这表明，超声孕育处理时间是一个十分重要的参数。低功率长时处理和高功率短时处理均可以获得较好的细化效果。因此，在受超声设备功率限制无法获得高声强时可以通过适当提高处理时间来提高细化水平，而在受工艺条件限制无法实现长时孕育处理时，提高超声功率是获得较好细化效果的可行途径。

### 3.1.2 连续超声功率对 AS41 凝固组织的影响

AS(Mg-Al-Si) 系合金是 20 世纪 70 年代德国大众开发成功的用于替代 AZ91 的压铸耐热镁合金，AS21 和 AS41 为其典型代表。它主要用于汽车发动机传动系统，作为既耐热又减重的构件来使用<sup>[47, 48, 1]</sup>。

在 AS(Mg-Al-Si) 系合金中，Mg<sub>2</sub>Si 相组织有两种形态<sup>[49]</sup>：一种为汉字状，一种为多边形状。汉字状 Mg<sub>2</sub>Si 相是合金在凝固过程中发生共晶反应时产生的；多边形状 Mg<sub>2</sub>Si 相是合金在凝固过程中作为初生相形成的。在合金的铸造过程中 Mg<sub>2</sub>Si 颗粒极易粗化，粗大的 Mg<sub>2</sub>Si 颗粒将极大地恶化材料的力学性能<sup>[47, 49, 50]</sup>。因此，如何细化组织就成为提高合金力学性能的关键。

为考察连续超声处理熔体时超声功率对 AS41 镁合金组织的影响规律，尤其是对 Mg<sub>2</sub>Si 相及其晶粒度的影响规律，本节研究了 AS41 合金熔体分别在不同超声功率处理条件下其水淬组织的变化情况。

### 3.1.2.1 连续超声功率对 AS41 晶粒尺度的影响

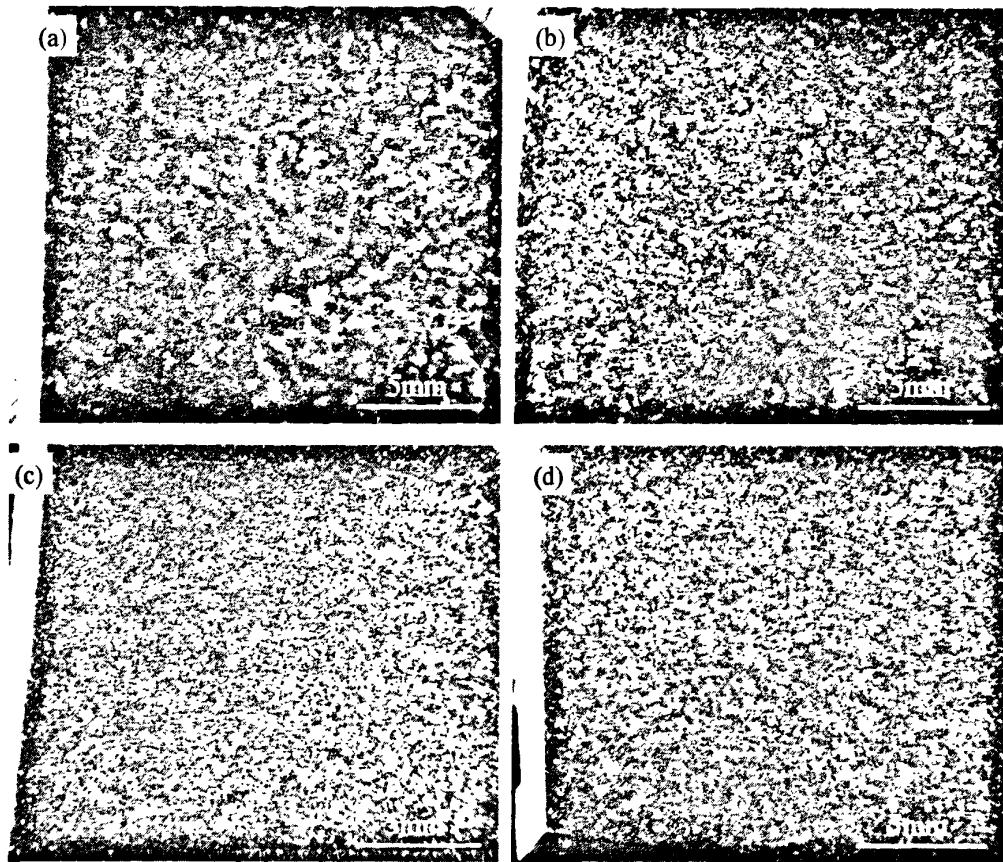


图 3.12 连续超声孕育处理时功率对 AS41 合金宏观组织的影响 (超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.12 Effect of continuous ultrasonic power on the macrostructure of AS41 alloy  
(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 103W×50s; (c) 268W×50s; (d) 782W×50s

图 3.12 是未经超声处理的试样的宏观组织。由该图可以看出, 未经任何处理而直接冷却的铸态组织晶粒粗大。图(b)、图(c)和图(d)是经不同功率超声孕育处理后样品的宏观组织, 可以看出, 合金熔体经不同功率超声处理后, 其晶粒均得到明显细化。这说明功率超声对改善凝固组织、细化晶粒具有显著的作用。

从图中还可以看出, 随着超声功率的增大, 晶粒逐渐细化, 当超声功率为 268 W 时 (超声强度为  $38\text{W/cm}^2$ ), 晶粒最细小, 且比较均匀; 但随着功率继续增大时, 晶粒略有长大的趋势。

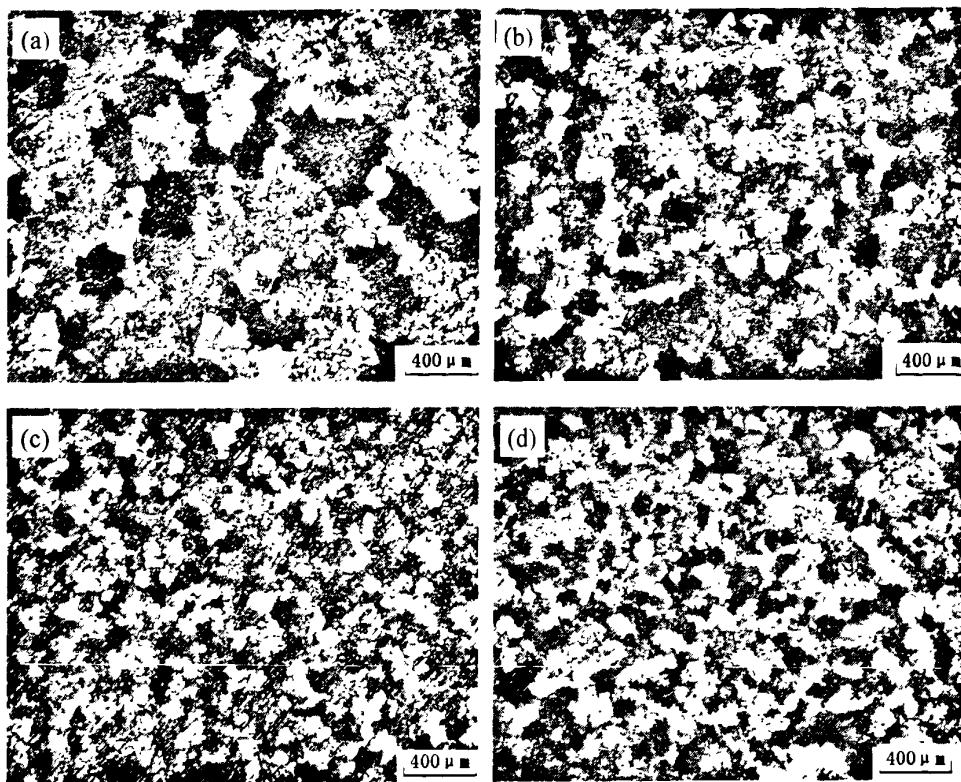


图3.13 连续超声孕育处理时功率对AS41合金晶粒度的影响(超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.13 Effect of ultrasonic power on the grain size of AS41 alloy after treatment of continuous ultrasonic field (treating temperature : 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 103W×50s; (c) 268W×50s; (d) 782W×50s

表 3.4 AS41 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别  
Table 3.4 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	277.4	149.2	104	118.8
晶粒度等级 G	0.5	2.2	3.3	2.9

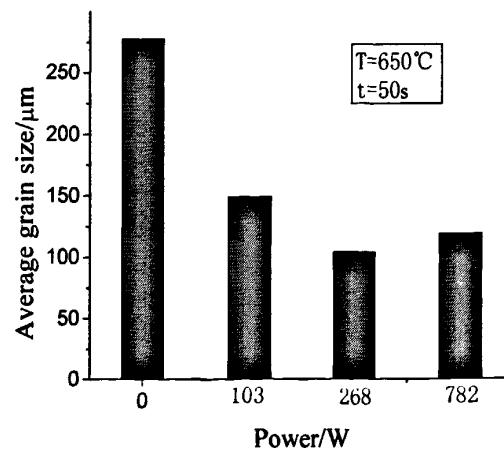


图3.14 连续超声功率对AS41合金晶粒度的影响

Fig.3.14 Effect of continuous ultrasonic power on the grain size of AS41 alloy

图 3.13 是经不同超声功率孕育处理后 AS41 的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 3.4，平均晶粒度随超声处理功率的变化趋势如图 3.14 所示。

可以看出，未作超声处理时 AS41 合金组织中晶粒不仅粗大，而且大小非常不均匀，较大的晶粒达到了  $400\mu\text{m}$  以上，较小的晶粒尺寸还不到  $100\mu\text{m}$ ；施加超声后，晶粒的细化效果相当明显，尤其当超声功率为  $268\text{W}$  时，AS41 合金晶粒度由未作超声处理时的  $277.4\mu\text{m}$  下降到了  $104\mu\text{m}$ ，晶粒度等级也由 0.5 上升到了 3.3。由图 3.14 还可以看出，组织晶粒度随超声功率的增大有先减小后增大的趋势。因此，超声功率为  $268\text{W}$  时处理  $50\text{s}$  有较好的晶粒细化效果。

以上结果表明，超声功率对 AS41 合金的晶粒细化以及对  $\text{Mg}_2\text{Si}$  析出相的尺度的影响有不同的规律，因此，在选择超声功率时应综合考虑对两者的影响。

### 3.1.2.2 连续超声功率对 AS41 凝固组织中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相析出形态的影响

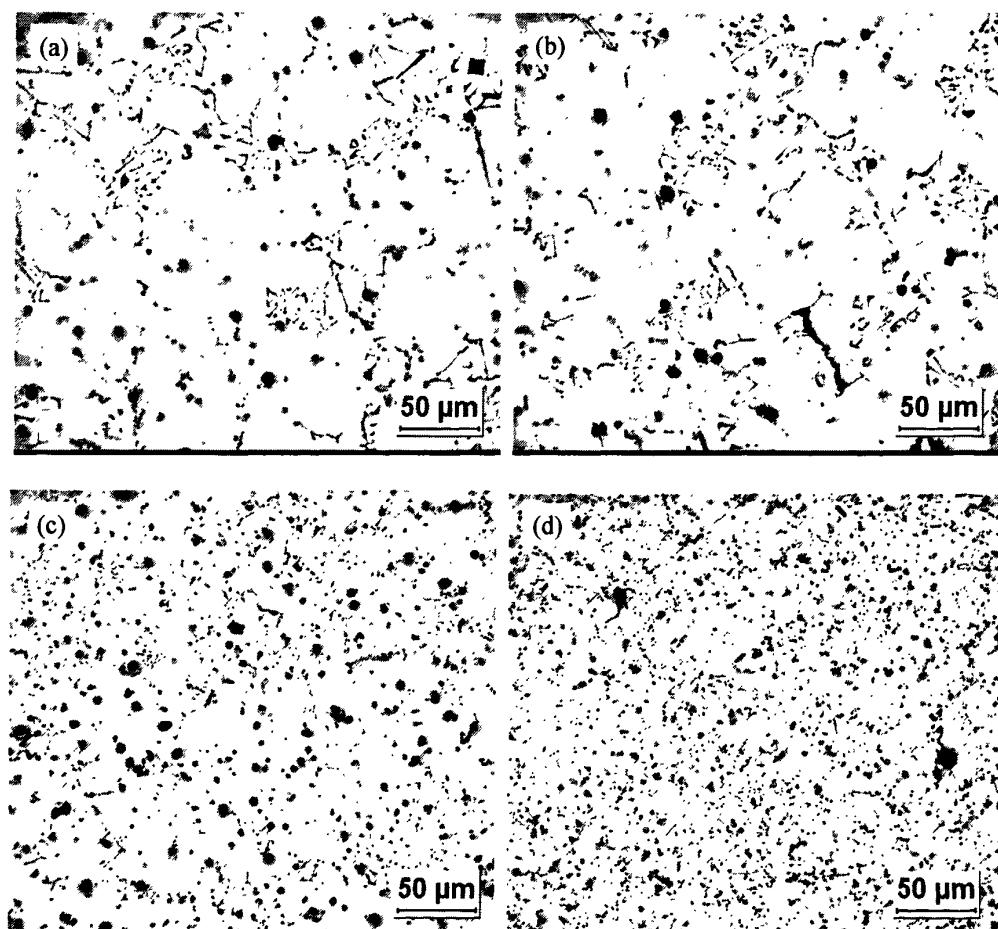


图 3.15 连续超声功率对 AS41 合金中  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相的影响(超声孕育温度:  $650^\circ\text{C}$ )

Fig.3.15 Effect of continuous ultrasonic power on the  $\text{Mg}_2\text{Si}$  phase in AS41 alloy  
(treating temperature:  $650^\circ\text{C}$ )

(a) without ultrasonic; (b)  $103\text{W}\times 50\text{s}$ ; (c)  $268\text{W}\times 50\text{s}$ ; (d)  $782\text{W}\times 50\text{s}$

由XRD衍射图谱(图3.33)结合参考文献可知<sup>[51]</sup>, 铸态下合金由 $\alpha$ (Mg)基体、 $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相和Mg<sub>2</sub>Si相组成。EDS分析表明, 粗大的汉字状和多边形状组织为Mg<sub>2</sub>Si金属间化合物,  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相以黑色点状随机分布于基体内。

图3.15是AS41合金经不同功率超声处理后的凝固组织金相照片。从图中可以看出, 合金中均存有汉字状Mg<sub>2</sub>Si相, 基体上也都分布有黑色点状化合物。未作超声熔体处理的AS41合金组织如图3.15(a)所示, 汉字状Mg<sub>2</sub>Si相比较发达, 分枝粗大, 局部出现多边形大片状初晶硅, 或分布在汉字状Mg<sub>2</sub>Si相的边缘, 或被其包围; 施加103W功率超声处理50s后, 合金组织如图3.15(b)所示, 汉字状Mg<sub>2</sub>Si局部出现了断裂、分离甚至球化现象, Mg<sub>2</sub>Si分枝细化, 多边形片状初晶硅消失; 功率增加为268W时, 见图3.15(c), 汉字状Mg<sub>2</sub>Si边部出现了明显的断裂, Mg<sub>2</sub>Si分枝进一步细化, 且分布均匀; 当超声功率增加到782W时, 见图3.15(d), 汉字状Mg<sub>2</sub>Si相基本消失, 大部分Mg<sub>2</sub>Si相呈质点状分散在组织中, 且分布均匀。

本试验中, 随着超声功率的增加, AS41合金中汉字状相组织得到明显的细化与球化, 分布也更趋均匀。由此可见, 超声孕育处理对AS41合金中Mg<sub>2</sub>Si相有显著的细化效果。

## 3.2 连续超声孕育处理时间对合金凝固组织的影响

上节的研究结果表明, 超声处理时间是影响超声处理效果的一个十分重要的因素, 为此本节对其影响规律进行了深入研究。

### 3.2.1 连续超声孕育处理时间对AZ80、AZ91镁合金凝固组织的影响

#### 3.2.1.1 连续超声孕育处理时间对AZ80、AZ91显微组织的影响

图3.16为低功率(超声强度为4.6W/cm<sup>2</sup>)下不同超声处理时间时AZ80合金的铸态组织。其铸态组织以 $\alpha$ (Mg)固溶体为基体, 沿 $\alpha$ 相晶界是不连续网状分布的 $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>)相以及散布在 $\alpha$ 相中的细小的Mn-Al化合物质点<sup>[1]</sup>。

图3.16(a)是未作超声处理时AZ80的铸态显微照片, 组织主要由粗大的放射状枝晶构成, 呈瓣状, 较大枝晶平均直径达到250μm以上; 超声功率为32W处理15s时, 见图3.16(b), 枝晶组织有所退化, 但仍有大瓣状枝晶组织, 且枝晶边缘处尖锐, 细化效果不够理想; 超声孕育时间延长到30s时, 见图3.16(c), 组织显著细化,  $\alpha$ (Mg)晶粒细小圆整, 多呈现出蔷薇或近蔷薇状, 具有明显的蔷薇化趋势; 超声孕育时间达到50s时, 组织进一步细化, 放射状枝晶完全消失, 组织细小均匀,  $\alpha$ (Mg)晶粒平均直径下

降到  $100\mu\text{m}$  以下。

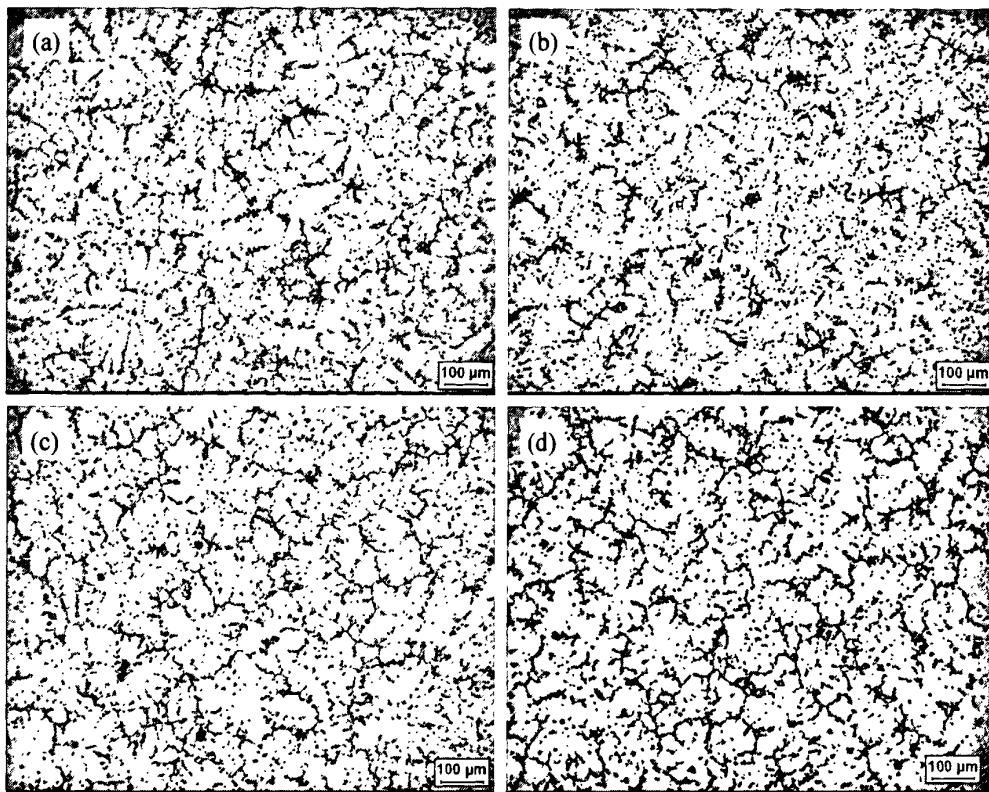
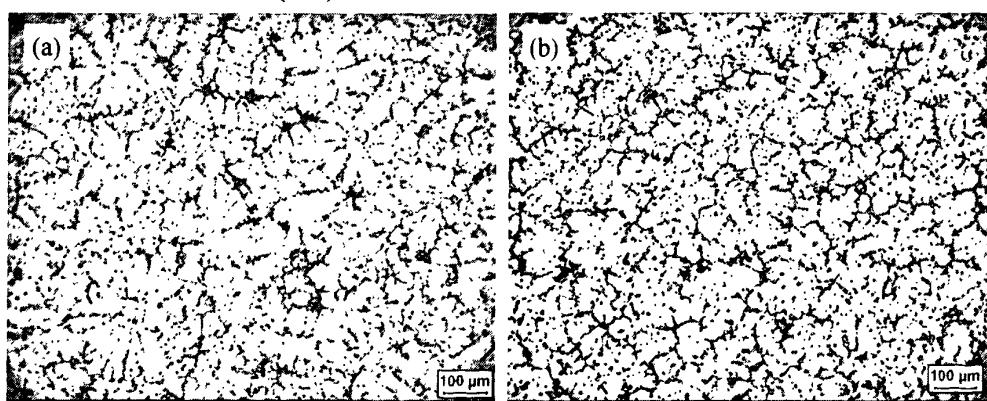


图 3.16 低功率(32W)连续超声孕育时间对 AZ80 合金显微组织的影响(超声孕育温度:  $650^\circ\text{C}$ )  
 Fig.3.16. The effect of treating time of low continuous ultrasonic power (32W) on the AZ80 microstructure  
 (treating temperature:  $650^\circ\text{C}$ )  
 (a) without ultrasonic; (b)  $32\text{W}\times 15\text{s}$ ; (c)  $32\text{W}\times 30\text{s}$ ; (d)  $32\text{W}\times 50\text{s}$ ;

上述分析可以发现这样的规律: 低功率短时( $15\text{s}$ )孕育处理时, 晶粒有所细化, 但多数还是放射状枝晶组织; 延长处理时间( $30\text{s}$ ), 晶粒等轴化趋势十分明显, 而且晶粒进一步细化; 当处理时间很长( $50\text{s}$ )时, 等轴化效果仍然良好。



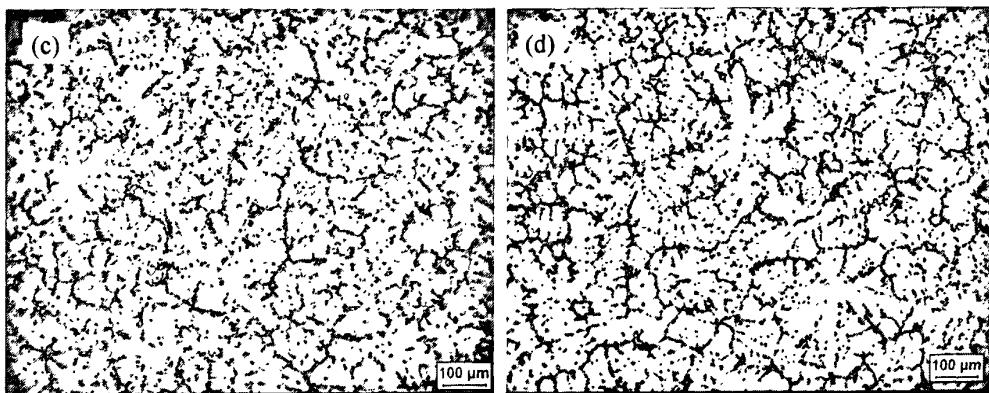


图 3.17 高功率(226W)连续超声孕育时间对 AZ80 合金显微组织的影响(超声孕育温度: 650°C)

Fig.3.17 The effect of treating time of high continuous ultrasonic power (226W) on the AZ80 microstructure (treating temperature: 650°C)

(a) without ultrasonic; (b) 226W×15s; (c) 226W×50s; (d) 226W×80s

图 3.17 为较高功率(超声强度为  $32.3\text{W/cm}^2$ )下不同超声处理时间时 AZ80 合金的铸态组织。可以看到: 较高功率短时(15s)处理时, 即可以得到完全等轴细晶组织; 延长处理时间(50~80s), 晶粒又恢复为放射状枝晶结构, 且晶粒粗大, 基本上与未超声处理组织一致。

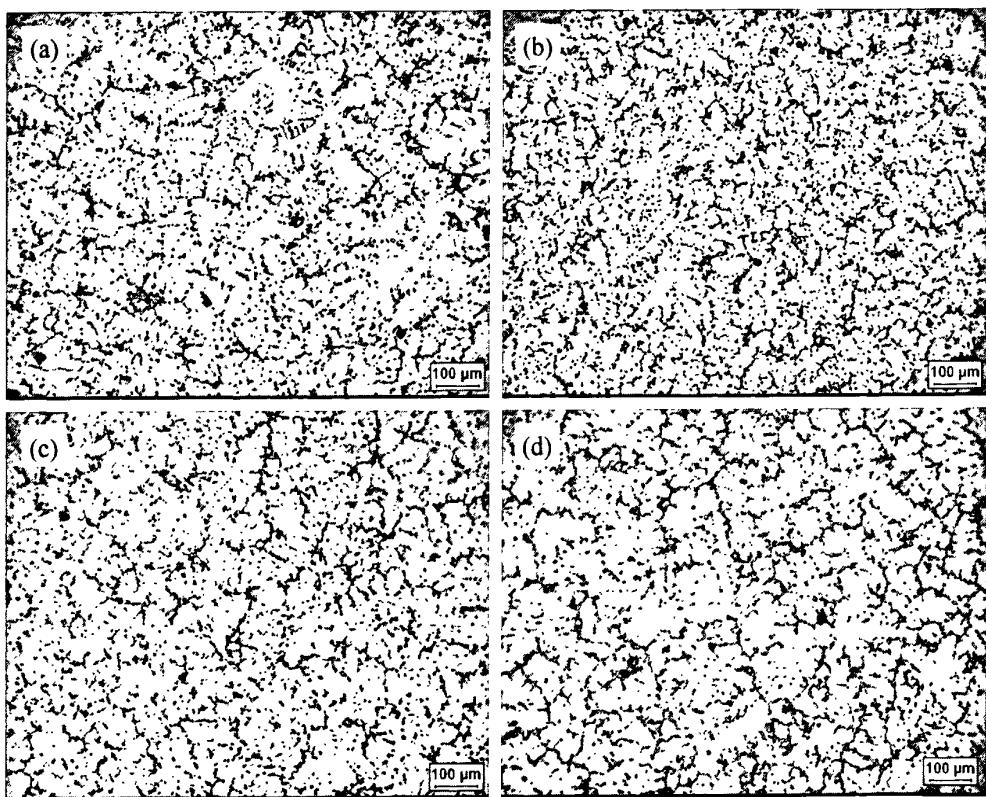


图 3.18 中等功率(72W)连续超声孕育时间对 AZ80 合金显微组织的影响

Fig.3.18 The effect of treating time of middle continuous ultrasonic power (72W) on the AZ80 microstructure (treating temperature: 690°C)

(a) without ultrasonic; (b) 72W×15s; (c) 72W×30s; (d) 72W×50s

图 3.18 是 690℃超声孕育处理不同时间时 AZ80 合金的铸态组织图。690℃无超声时, 见图 3.18(a), 枝晶组织非常发达, 我们通过肉眼可以估测到其较大枝晶平均直径在 300 $\mu\text{m}$ 以上; 超声功率为 72W 处理 15s 时, 见图 3.18(b), 大部分粗大的放射状枝晶组织变成碎小凌乱的星形组织, 枝晶边缘处枝丫尖锐; 超声孕育时间达到 30s 时, 枝晶边缘处细小枝丫基本熔断, 组织多呈蔷薇状; 当超声孕育时间延长至 50s 时, 蔷薇状组织变的更为圆整, 但局部  $\alpha$  (Mg) 晶粒有长大的趋势。

上述分析可以发现这样的组织变化规律: 中等功率短时(15s)孕育处理时, 晶粒显著细化, 有所等轴化, 但多数还是枝晶组织; 延长处理时间(30s), 晶粒等轴化趋势增强, 但晶粒尺度则有长大趋势; 当处理时间较长(50s)时, 有出现较为明显的放射状枝晶组织, 且晶粒进一步粗化。

以上结果表明, 连续超声孕育处理 AZ80 镁合金熔体时, 要获得较好的等轴细晶的凝固组织, 低功率超声需要较长的孕育时间, 高功率超声则在很短的孕育时间内获得细化组织。过长的处理时间, 特别是高功率超声的长时间处理将削弱甚至完全丧失超声的孕育作用。

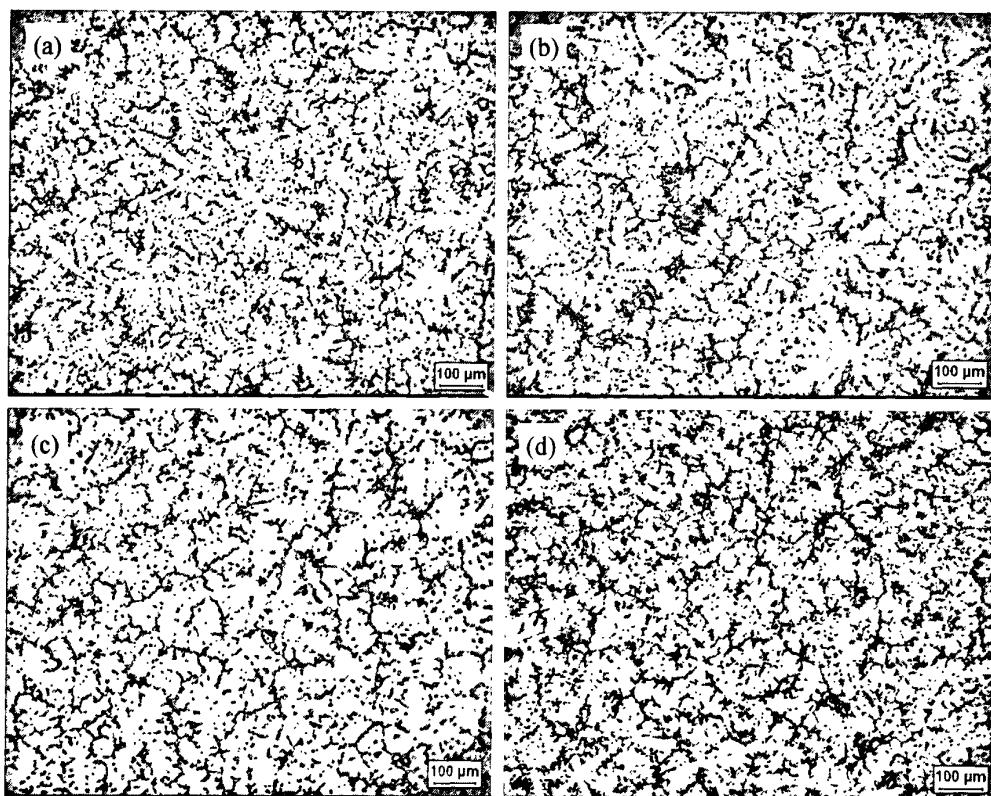


图 3.19 中等功率(126W)连续超声孕育时间对 AZ91 合金显微组织的影响

Fig.3.19 The effect of treating time of middle continuous ultrasonic power (126W) on the AZ91 microstructure (treating temperature: 675°C)

(a) without ultrasonic; (b) 126W×30s; (c) 126W×50s; (d) 126W×80s

为考察连续超声孕育效果的普遍性,作者同时对 AZ91 合金的连续超声处理规律进行研究。由于 AZ91 合金的枝晶较之 AZ80 要发达,理论上和试验结果(图 3.19 和图 3.20 比较可见)都表明,一般需要较高的功率才能达到细化和等轴化的效果,所以所有选取的功率范围相对高些,即低中等功率选取 126W, 高功率则选 650W。

图 3.19 是 675°C 超声孕育处理不同时间时 AZ91 合金的凝固组织。结合上图我们可以发现这样的组织变化规律: 中等功率短时(30s)孕育处理时, 晶粒反而有粗化的趋势, 且放射状枝晶更加发达; 延长处理时间(50s), 晶粒等轴化显著, 晶粒也有所细化; 当处理时间较长(80s)时, 尽管晶粒有进一步细化的趋势, 但又出现一些细小枝晶。

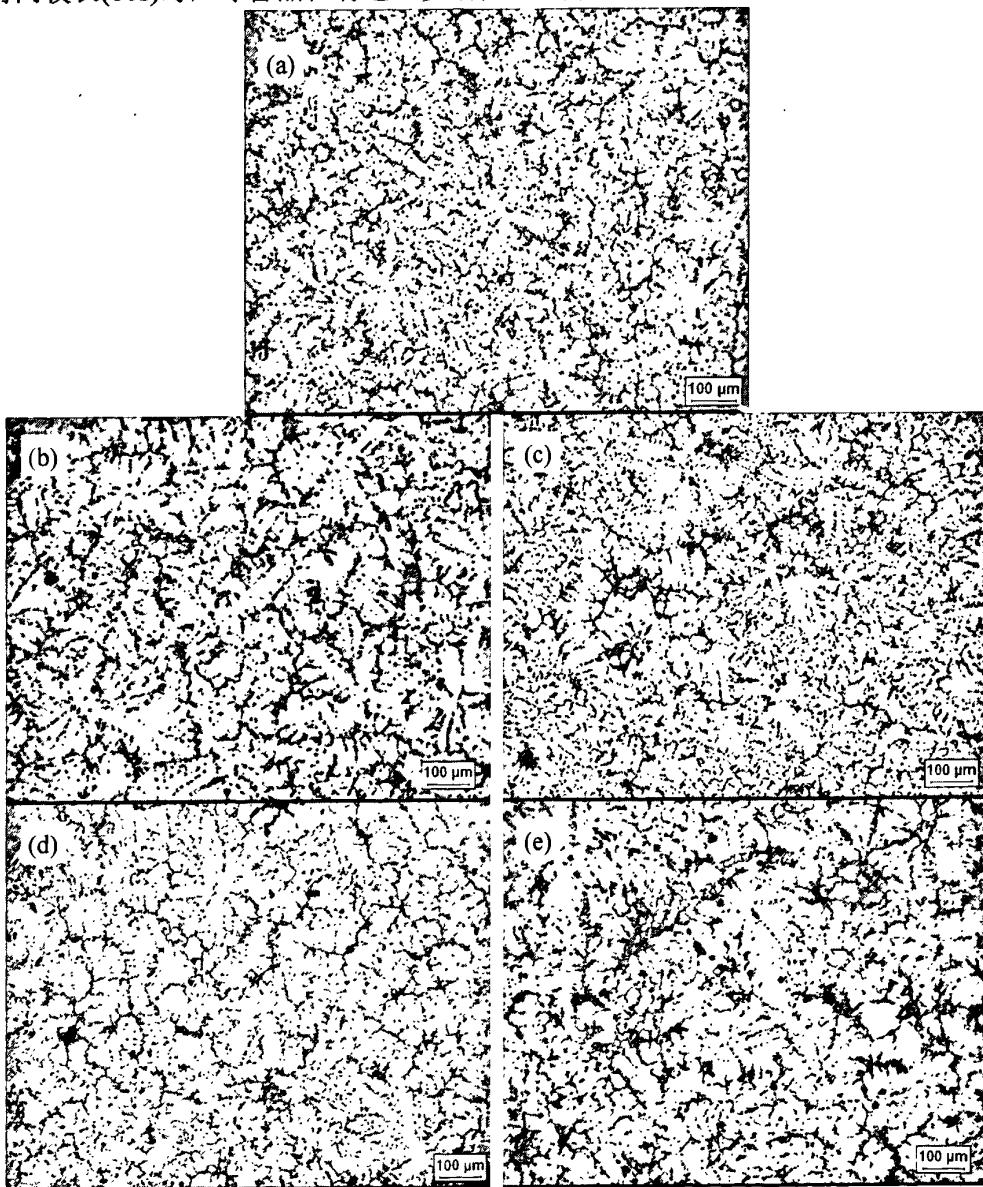


图 3.20 高功率(650W)连续超声孕育时间对 AZ91 合金显微组织的影响(超声孕育温度: 675°C)

Fig.3.20 The effect of treating time of high continuous ultrasonic power (650W) on the AZ91 microstructure (treating temperature: 675°C)

(a) without ultrasonic; (b) 650W×15s; (c) 650W×30s; (d) 650W×50s; (e) 650W×80s

图 3.20 为高功率(超声强度为  $93\text{W/cm}^2$ )下不同超声处理时间时 AZ91 合金的铸态组织。与中等功率相比, 高功率处理时, 15s 时的组织与中等功率 30s 时相类似, 晶粒粗化且放射状枝晶更加发达; 延长处理时间(30s), 晶粒较之 15s 时明显细化, 但放射状晶却十分发达; 当处理时间较长(50s)时, 晶粒尺度有减小趋势, 晶粒等轴化显著, 但仍残存个别放射状晶; 进一步延长处理时间至 80s, 则又呈现为枝晶组织。

对 AZ91 合金熔体进行连续超声孕育处理的结果表明, 无论中等功率还是很高功率的超声都需要较长的处理时间, 但很高的功率时等轴化效果较差。这表明, 对于 AZ91 合金来说, 似乎有个孕育处理时间门槛值。这需要进一步深入研究。就本研究所选择的处理功率, 要获得完全等轴细小的组织是困难的。

### 3.2.1.2 连续超声孕育处理时间对 AZ80 晶粒尺度的影响

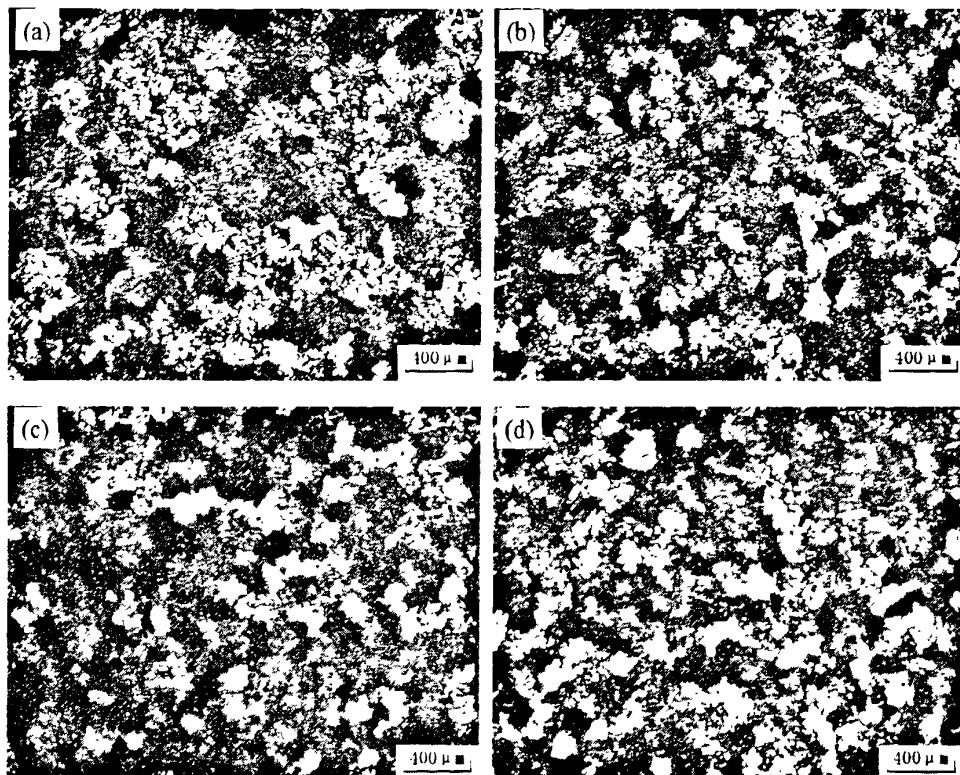


图3.21 低功率(32W)连续超声孕育时间对AZ80合金晶粒度的影响(超声孕育温度:  $650^\circ\text{C}$ )  
Fig.3.21 Effect of treating time of low continuous ultrasonic power (32W) on the grain size of AZ80  
(treating temperature :  $650^\circ\text{C}$ )  
(a) without ultrasonic; (b)  $32\text{W}\times15\text{s}$ ; (c)  $32\text{W}\times30\text{s}$ ; (d)  $32\text{W}\times50\text{s}$

AZ80 合金熔体低功率(32W)连续超声孕育不同时间后的偏振光显微图片如图 3.21 所示。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 3.5, 平均晶粒度随超声孕育时间的变化趋势如图 3.22 所示。

表 3.5 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 3.5 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	151.7	145.4	136.4
晶粒度等级 G	1.0	2.2	2.3	2.5

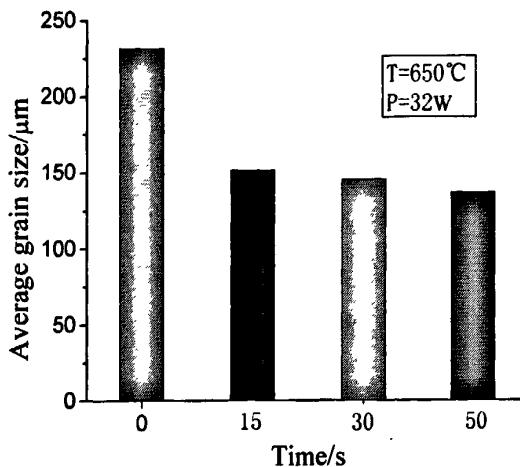


图3.22 低功率(32W)连续超声孕育时间对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.3.22 Effect of treating time of low-power (32W) continuous ultrasonic field on the the grain size of AZ80

上述图表可以看出，超声孕育处理可以细化组织晶粒，但超声孕育时间不同时所获得的组织晶粒度也大不相同。本实验中，超声处理功率较小时（超声强度为  $4.6\text{W/cm}^2$ ），组织晶粒度随超声处理时间的延长呈不断下降的变化趋势，而且变化趋势非常缓和。这个变化规律几乎与上一小节分析所得的超声孕育时间对合金显微组织的影响规律类似。

AZ80 合金熔体高功率(226W)连续超声孕育不同时间后的偏振光显微图片如图 3.23 所示。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 3.6，平均晶粒度随超声孕育时间的变化趋势如图 3.24 所示。

可以看出：高功率短时(15s)孕育处理时，晶粒细化非常显著；延长处理时间(50s)，晶粒粗化趋势十分明显；当处理时间很长(80s)时，晶粒粗化趋势仍然比较明显。此时的晶粒度已经超过了无超声孕育处理时的晶粒度。这个变化规律也几乎与上一小节分析所得的超声孕育时间对合金显微组织的影响规律类似。

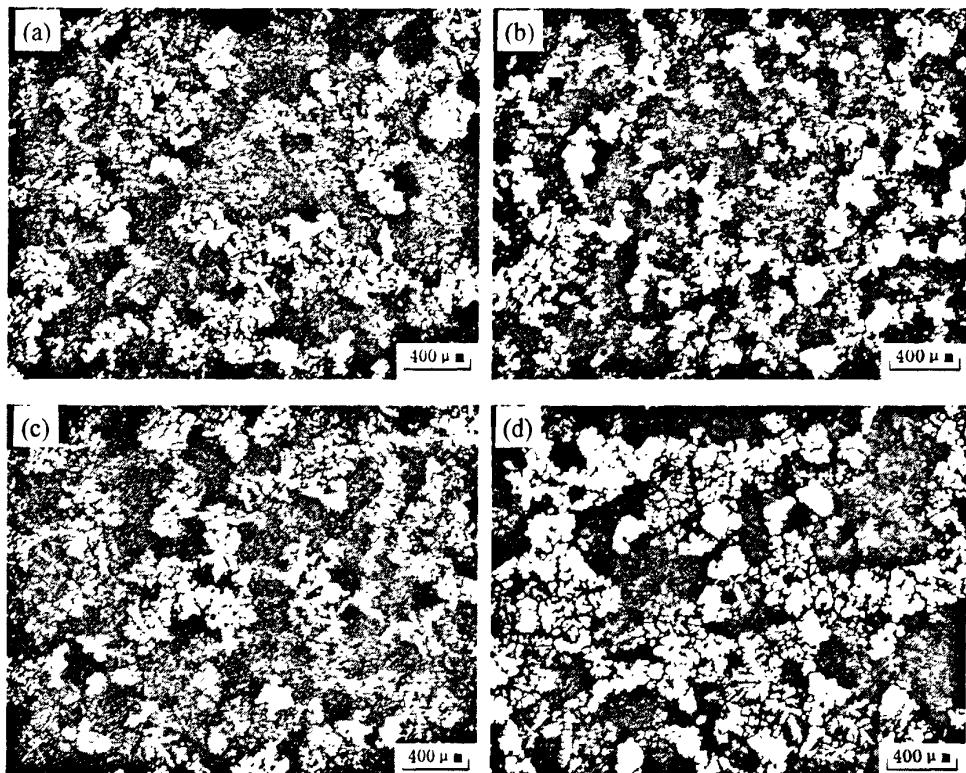


图 3.23 高功率(226W)连续超声孕育时间对 AZ80 合金晶粒度的影响(超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.23 Effect of treating time of high-power (226W) continuous ultrasonic field on the grain size of AZ80  
(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 226W×15s; (c) 226W×50s; (d) 226W×80s

表 3.6 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 3.6 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	135.2	213.4	253.3
晶粒度等级 G	1.0	2.5	1.2	0.7

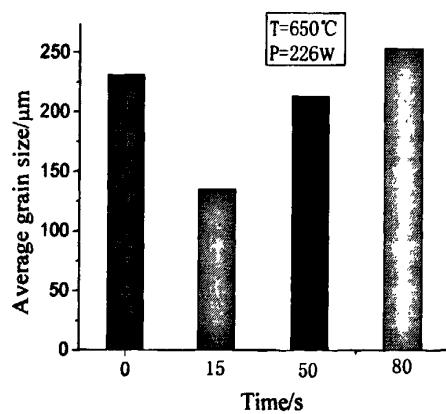


图 3.24 高功率(226W)连续超声孕育处理时间对 AZ80 合金晶粒度的影响

Fig.3.24 Effect of treating time of high continuous ultrasonic power (226W) on the grain size of AZ80

上述结果表明,在所实验的超声孕育处理时间范围内,小功率连续超声孕育处理时,延长超声处理时间晶粒有一个持续细化的过程,但超声处理时间延长到一定程度后晶粒开始粗化;而大功率连续超声孕育处理时,增大超声处理时间晶粒则持续粗化。

### 3.2.2 连续超声孕育处理时间对 AS41 凝固组织的影响

#### 3.2.2.1 连续超声孕育处理时间对 AS41 晶粒尺度的影响

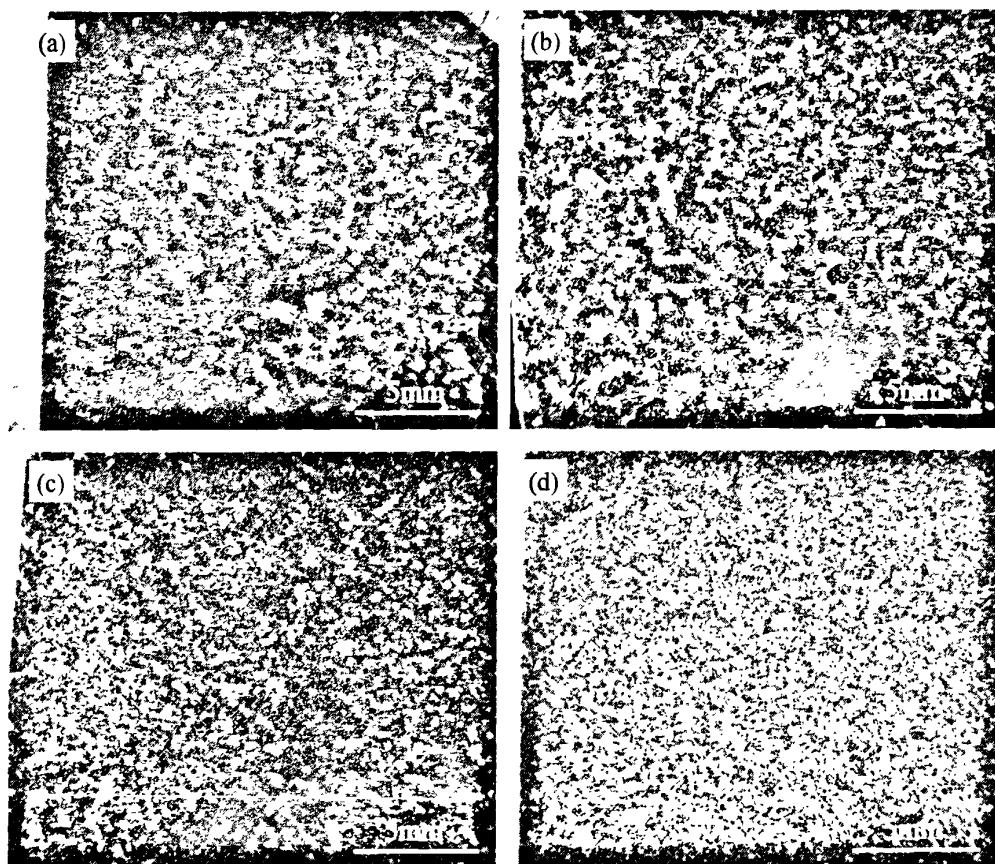


图 3.25 连续超声孕育处理时间对 AS41 宏观组织的影响 (超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.25 Effect of treating time of continuous ultrasonic on the macrostructure

of AS41 alloy (treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 100W×20s; (c) 100W×50s; (d) 100W×80s

图 3.25 为无超声和在 100W 的超声功率下分别超声处理 20s、50s、80s 后 AS41 宏观组织照片。对比未经超声处理和超声处理后试样宏观照片可以看出,经某些特定功率和时间的超声处理可以显著细化晶粒,见图(c)、图(d);而某些超声处理条件下晶粒细化效果并不明显,见图(b);可见,并不是任何超声条件下都可以细化试样的宏观组织的。

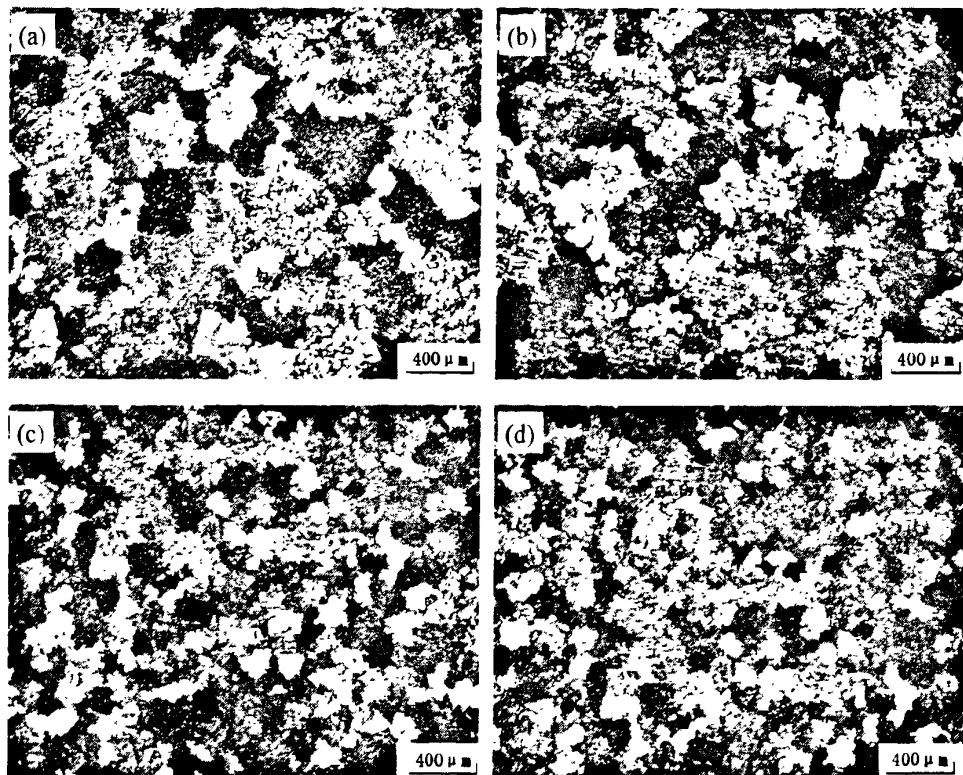


图3.26 连续超声孕育处理时间对AS41合金晶粒度的影响 (超声孕育温度: 650°C)

Fig.3.26 Effect of treating time of continuous ultrasonic on the grain size of AS41

alloy (treating temperature: 650°C)

(a) without ultrasonic; (b) 100W×20s; (c) 100W×50s; (d) 100W×80s

表 3.7 AS41 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 3.5 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	277.4	240.0	149.2	146.2
晶粒度等级 G	0.5	0.9	2.2	2.3

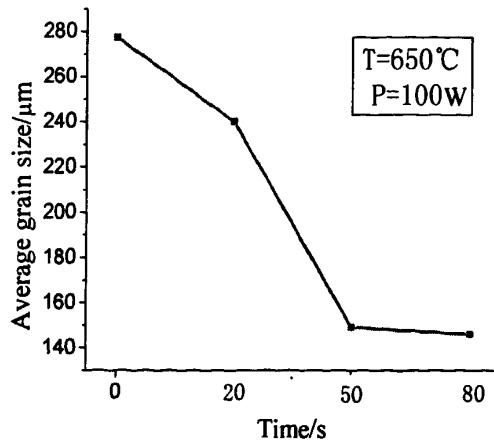


图3.27 连续超声孕育处理时间对AS41合金晶粒度的影响

Fig.3.27 Effect of treating time of continuous ultrasonic on the the grain size of AS41

图 3.26 显示的是 650℃时 AZ80 合金熔体超声孕育不同时间后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 3.7，平均晶粒度随超声处理时间的变化趋势如图 3.27 所示。

可以看出，未做超声孕育处理时合金组织晶粒非常粗大，且晶粒大小也很不均匀，组织晶粒度和晶粒度等级分别达到了  $347.2\mu\text{m}$  和 -0.2。超声功率 100W（超声强度为  $14\text{W/cm}^2$ ）孕育温度为 650℃时，超声孕育处理 20s 时组织晶粒度下降幅度比较明显；随着超声孕育处理时间延长至 50s 时合金组织晶粒得到了十分显著的细化，晶粒度和晶粒度等级分别由未作超声处理时的  $277.4\mu\text{m}$  和 0.5 变化到了  $149.2\mu\text{m}$  和 2.2；超声孕育时间进一步延长时，组织晶粒度减小幅度变的非常缓和。

上述分析结合图 3.27 可以发现，在本实验条件下组织晶粒度随超声处理时间的变化规律：晶粒度等级上升幅度较小（20s）→晶粒度等级上升幅度变大（50s）→晶粒度等级上升幅度趋缓（80s），由此可以假想如果超声处理时间继续延长的话，组织晶粒度可能会增大。

### 3.2.2.2 连续超声孕育处理时间对 AS41 凝固组织中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相析出形态的影响

图 3.28 是不同超声孕育处理时间后 AS41 合金的金相显微组织图。从图中可以看出，合金中均存有汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相，基体上也都分布有黑色点状化合物。未作超声孕育处理的 AS41 合金组织如图 3.28(a)所示，汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相比较发达，分枝粗大，局部出现大片状多边形初晶硅，或分布在汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相的边缘，或被其包围；施加 100W 功率超声孕育处理 20s 后，合金组织如图 3.28(b)所示，汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  反而变的粗大，汉字中心依然包围着四边形初晶硅；当超声孕育时间增加到 50s 时，见图 3.28(c)，汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  边部出现了明显的断裂、分离， $\text{Mg}_2\text{Si}$  分枝细化，且分布均匀；超声孕育时间达到 80s 时，见图 3.28(d)，汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相变的非常细小，局部  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相呈质点状或细线状分散在组织中，且分布均匀。

本试验中，超声孕育时间较短时（20s）有一个  $\text{Mg}_2\text{Si}$  粗化的过程，随着超声孕育处理时间的延长，AS41 合金中汉字状相组织才得到较显著的细化，分布也更趋均匀。这表明，对于 AS41 合金来说，似乎有个孕育处理时间门槛值，但尚需更进一步的探讨。

## 3.3 连续超声孕育温度对合金组织的影响

### 3.3.1 连续超声孕育温度对 AZ80 合金组织的影响

#### 3.3.1.1 连续超声孕育温度对 AZ80 显微组织的影响

为考察镁合金熔体连续超声处理时熔体处理温度对凝固组织的影响规律,本节对不同温度时的 AZ80 镁合金熔体无超声处理直接冷却和经 72W 超声处理 30s 后相同条件冷却(均为随同坩埚直接水冷)后的凝固组织进行比较,超声孕育温度分别为 650℃和 690℃。

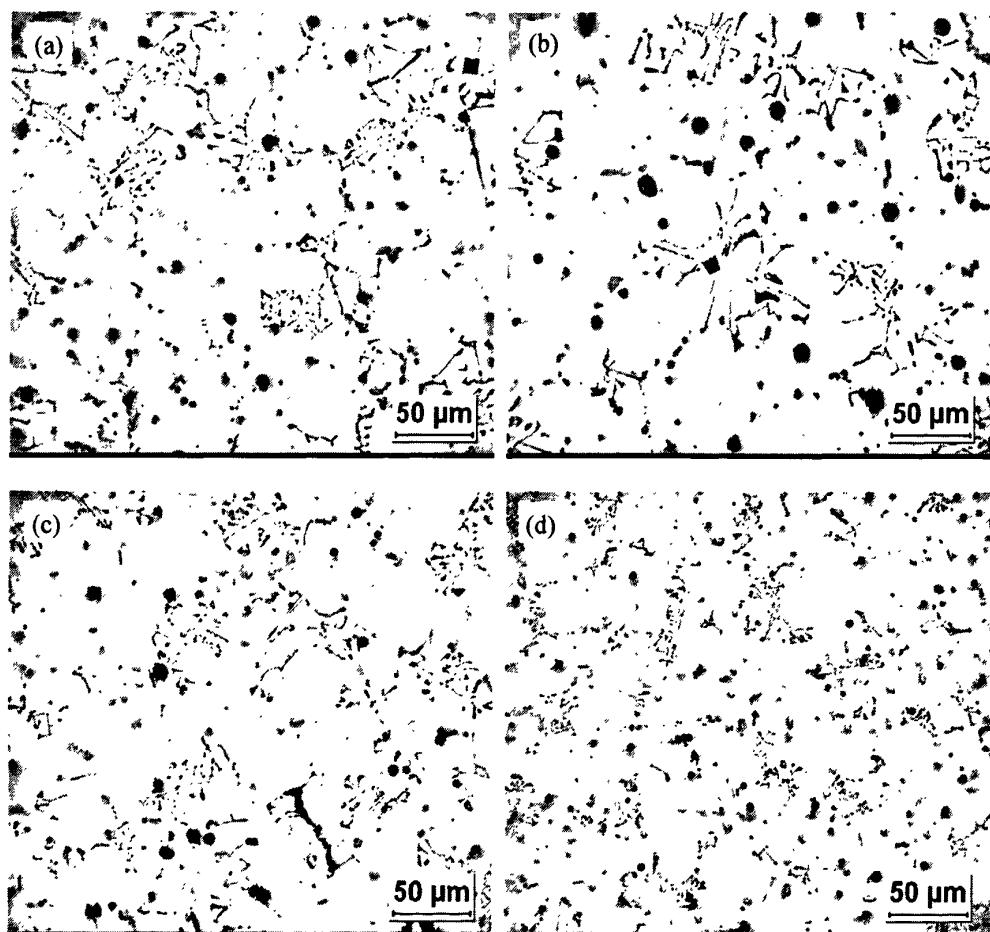


图 3.28 连续超声孕育处理时间对 AS41 合金组织中  $Mg_2Si$  相的影响 (超声孕育温度: 650℃)

Fig.3.28 Effect of treating time of continuous ultrasonic on the  $Mg_2Si$  phase of AS41 alloy  
(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 100W×20s; (c) 100W×50s; (d) 100W×80s

图 3.29 为 AZ80 合金熔体未经超声处理与不同超声孕育温度后的凝固组织对比图。

由图 3.29(a)可见,无超声处理 650℃浇注时,组织主要由非常发达的放射状枝晶构成,枝晶平均直径在 200μm 以上;当浇注温度升高到 690℃时,见图 3.29 (b),凝固组织依然由放射状枝晶构成,但枝晶更为发达,较大枝晶平均直径在 250μm 以上,由此可知,未经超声处理时, AZ80 镁合金凝固组织主要由放射状枝晶构成,并且随浇注温度的升

高,  $\alpha$  (Mg) 晶粒显著粗化, 放射状枝晶也更加发达。这与较高的浇注温度时, 熔体具有较低的冷却速率有关。

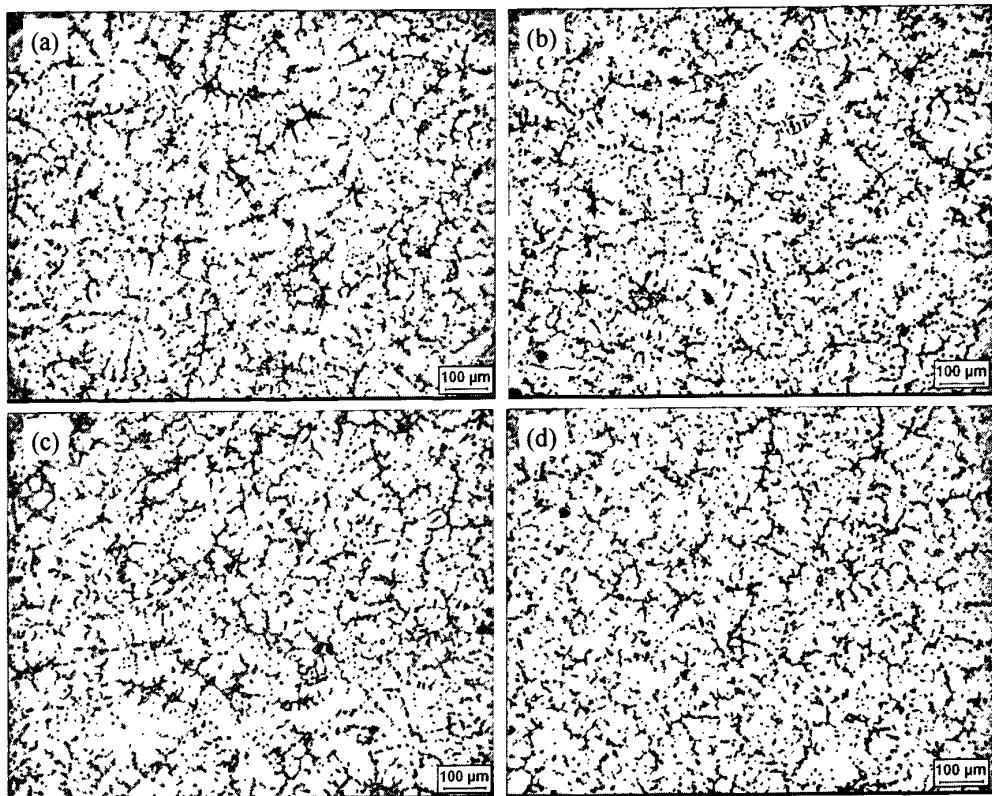


图 3.29 连续超声孕育温度对 AZ80 合金显微组织的影响

Fig.3.29 Effect of treating temperature of continuous ultrasonic on the microstructure of AZ80 alloy

without ultrasonic: (a) 650°C; (b) 690°C  
with ultrasonic (72W×30s): (c) 650°C; (d) 690°C

从图 3.29 还可以看出, 经超声( $72W \times 30s$ )处理的 AZ80 镁合金凝固组织与常规的凝固组织明显不同。超声孕育温度为 650°C 时, 见图 3.29 (c), 发达的枝晶组织明显退化, 局部出现了尺寸较大的近蔷薇状组织, 但部分枝晶主干仍呈放射状; 超声孕育温度升高到 690°C 时, 其凝固组织(见图 3.29 (d))完全由蔷薇晶或近蔷薇状组织构成, 平均晶粒约为  $120\mu\text{m}$ 。可见, 在较高的熔体处理温度下较低功率超声对合金的细化效果相对好些。

### 3.3.1.2 连续超声孕育温度对 AZ80 晶粒尺度的影响

超声孕育温度对 AZ80 镁合金晶粒度的影响如图 3.30 所示。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 3.8。平均晶粒度随超声孕育温度的变化趋势如图 3.31 所示。

可以看出, 未做超声孕育处理时合金组织晶粒都非常粗大, 且晶粒大小也很不均匀, 熔体温度为 690°C 时这种特点较为突出, 其晶粒度和晶粒度等级分别达到了  $242.1\mu\text{m}$  和 0.9。超声孕育处理后, 组织晶粒得到了不同程度的细化, 但在此超声功率 (72W) 和处理时间 (30s) 的条件下, 超声孕育温度为 690°C 时的细化效果更显著。

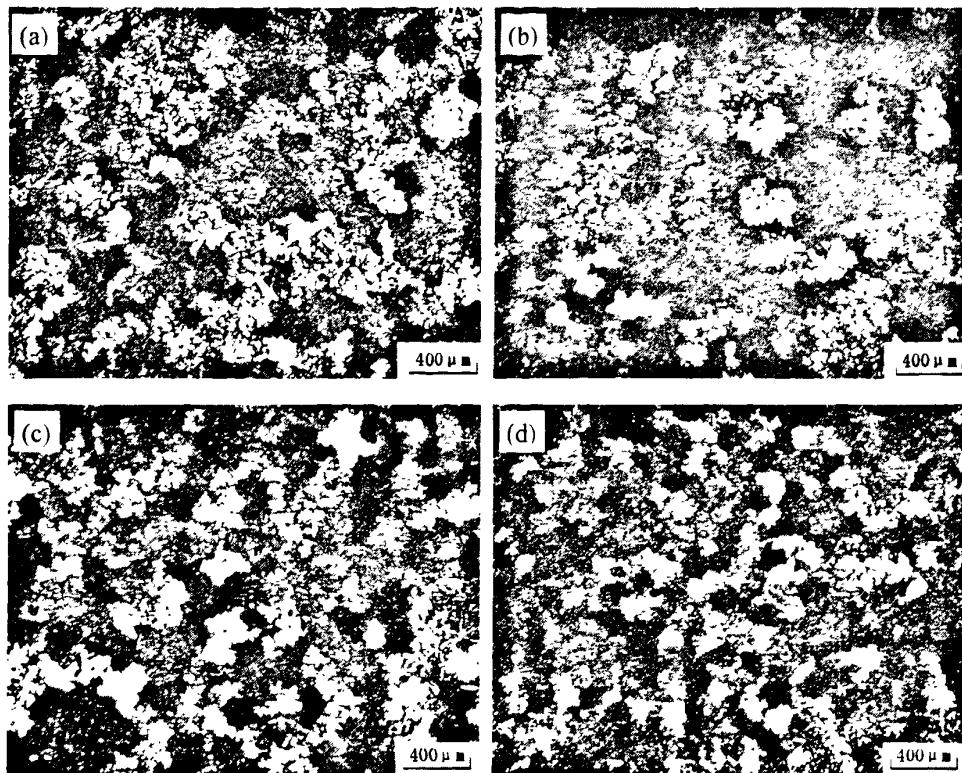


图3.30 连续超声孕育温度对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.3.30 Effect of continuous ultrasonic treating temperature on the grain size of AZ80 alloy without ultrasonic: (a) 650°C; (b) 690°C, with ultrasonic (72W×30s); (c) 650°C; (d) 690°C

表 3.8 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 3.8 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	242.1	183	142.1
晶粒度等级 G	1.0	0.9	1.7	2.4

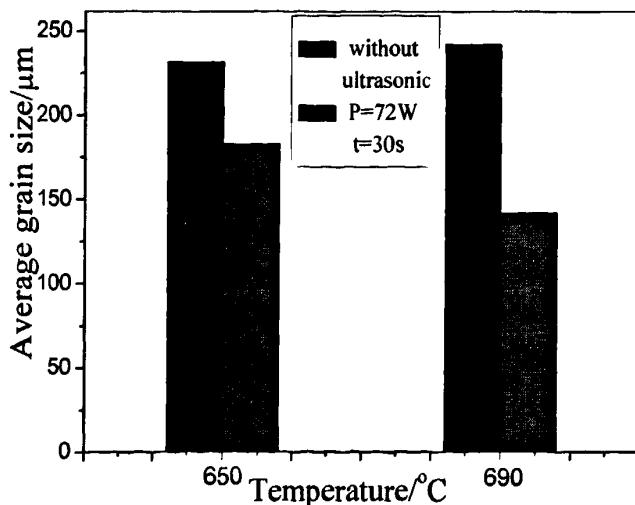


图3.31 连续超声孕育温度对AZ80合金晶粒度变化的影响

Fig.3.31 Effect of treating temperature of continuous ultrasonic on the the grain size of AZ80 alloy

上述结果表明，在所实验的超声功率和处理时间范围内，超声孕育温度较高时组织细化效果更好。这可能是高的熔体温度其黏度也小，更利于超声空化和声流搅拌作用发挥，而较小的超声功率强度和较短的超声孕育时间下超声负载小，不会产生强大的超声热效应。

### 3.4 连续超声孕育处理对析出相结构的影响

上述研究结果表明，镁合金熔体的脉冲超声孕育处理不仅可以显著改变其凝固组织，实现晶粒的细化与等轴化，而且对其析出相形态，如 AZ 系合金中的  $Mg_{17}Al_{12}$  和 AS41 中的  $Mg_2Si$ ，有显著影响。为进一步深入分析脉冲超声孕育对析出相的影响，本节对样品的相组成进行了 XRD 分析，并超声对析出相的点阵结构的影响进行了研究。

#### 3.4.1 连续超声孕育处理对 AZ80 合金 X 射线衍射图谱的影响

由 ASTM 可知，Mg 和  $Mg_{17}Al_{12}$  的  $2\theta$  角所对应的晶面指数如表 3.8 与表 3.9 所示。

表 3.9 XRD 中  $\alpha$ -Mg 的晶面指数所对应的  $2\theta$  角

Table 3.9 The indexes of crystallographic planes of  $\alpha$ -Mg correspondening to  $2\theta$  in XRD

HKL	101	002	100	103
$2\theta$	36.6	34.4	32.1	63.0

表 3.10 XRD 中  $Mg_{17}Al_{12}$  的晶面指数所对应的  $2\theta$  角

Table 3.10 The indexes of crystallographic planes of  $Mg_{17}Al_{12}$  correspondening to  $2\theta$  in XRD

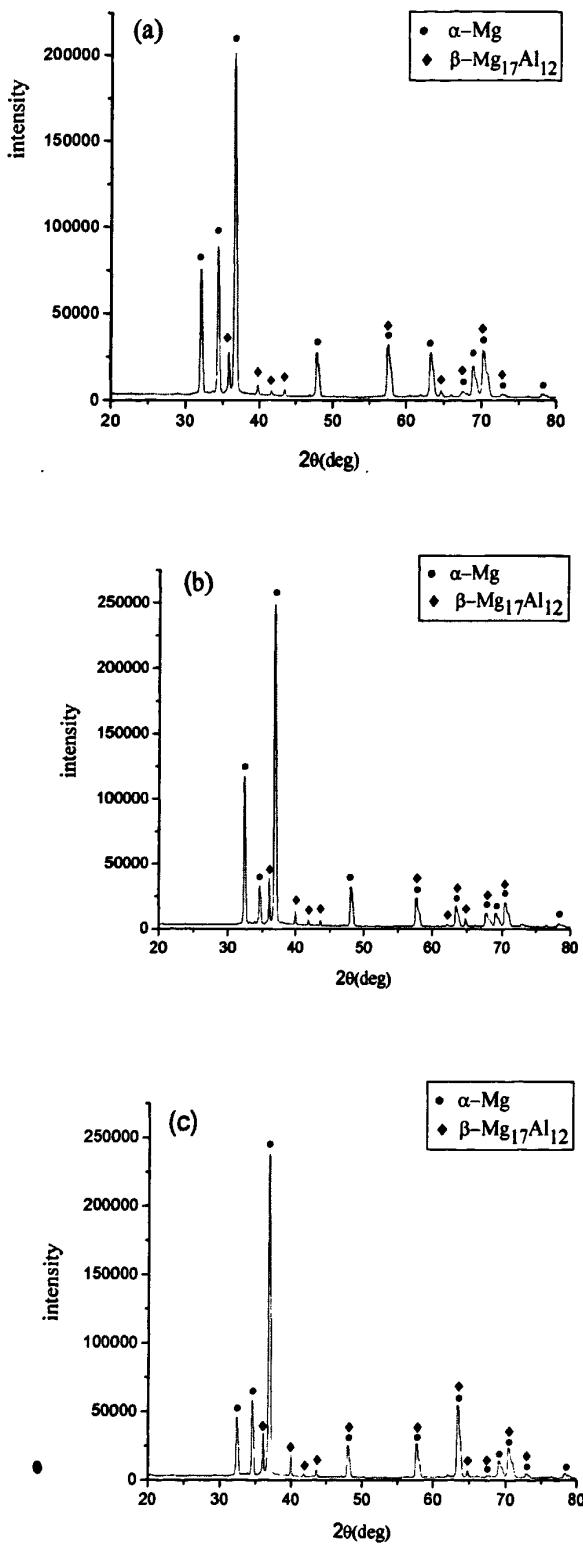
HKL	411	332	721	510
$2\theta$	36.0	40.0	64.7	43.6

图3.32分别为无超声处理和不同超声孕育时间后AZ80镁合金的X射线衍射图谱。通过对衍射图谱分析可知，AZ80镁合金主要有 $\alpha$  (Mg) 和 $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$ 两相组成，峰的特征除了衍射强度有较大差异外，相的组成并没有差别。超声孕育处理后，XRD中 $\alpha$  (Mg) 和 $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$ 各衍射峰均有不同程度的右移，这可能由于 $\alpha$  (Mg) 中固溶了大量原子半径较小的Al, Zn 等溶质原子而使衍射峰发生一定程度的右移<sup>[62]</sup>。

由图 3.32 可知，超声处理 15s 后 AZ80 镁合金中  $\alpha$  (Mg) 的(101)和(100)晶面所对应的峰值强度都增大了，而在(002)和(103)晶面所对应的峰值强度却减小了；随着超声处理时间延长， $\alpha$  (Mg) 在(101)、(002) 和(100) 晶面上的衍射强度逐渐降低。

从图中还可以看出，AZ80 镁合金熔体经过超声处理以后， $Mg_{17}Al_{12}$  相在各晶面的衍射峰均有所提升高。这表明超声处理后参加衍射的  $Mg_{17}Al_{12}$  相晶粒分数增大了，

而且超声处理促进了 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相在(411)、(332)、(721)和(510)面形成择优取向。



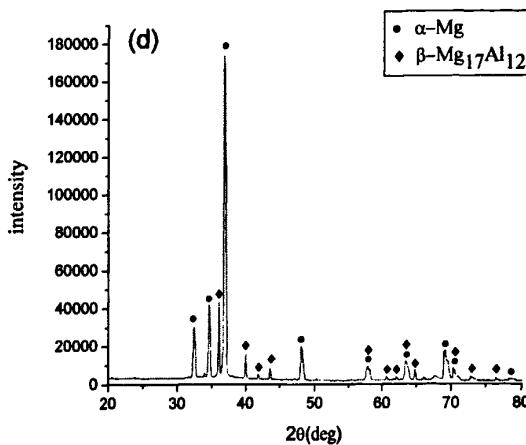


图 3.32 不同超声孕育处理时间后 AZ80 XRD 图谱(熔体温度: 650℃)

Fig.3.32 XRD diffraction results of the AZ80 alloy with different continuous ultrasonic treating time (temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 72W×15s; (c) 72W×30s; (d) 72W×50s

### 3.4.2 连续超声孕育处理对 AZ80 镁合金中 $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ 相晶格常数的影响

若对某物理量做  $n$  次等精度测量, 其结果分别为  $L_1, L_2, L_3, L_4, \dots, L_i, \dots, L_n$ 。通常, 人们采用其算术平均值  $L = (\sum L_i/n)$  作为该量的“真值”。按照最小二乘方原理,  $L$  可能并非最佳的真值。 $L - L_i$  成为残差或误差。按以下方法确定的  $L$  值是最理想的, 即是它能使各次测量误差的平方和最小。这种方法可使测量的偶然误差减至最小。

在点阵参数的测定中, 除偶然误差外, 尚存在系统误差, 平均直线与纵坐标的截距才表示欲得的精确数值。为求出截距, 可采用以下方法。

以纵坐标  $Y$  表示点阵参数值, 横坐标  $X$  表示外推函数值, 实验点子用  $(X_i, Y_i)$  表示, 直线方程为  $Y = a + bX$ 。式中  $a$  为直线的截距,  $b$  为斜率。一般来说, 直线并不通过任一实验点子, 因为每点均有偶然误差, 那么该点的误差  $e_i$  为

$$e_i = (a + b X_i) - Y_i$$

所有实验点子误差的平方和为

$$\sum (e^2) = (a + b X_1 - Y_1)^2 + (a + b X_2 - Y_2)^2 + \dots + (a + b X_i - Y_i)^2 + \dots$$

按最小二乘方原理, 误差平方和为最小的直线是最佳直线。求  $\sum (e^2)$  最小值的条件是

$$\frac{\partial \sum (e^2)}{\partial a} = 0 \text{ 及 } \frac{\partial \sum (e^2)}{\partial b} = 0$$

即

$$\sum Y = \sum a + b \sum X$$

$$\sum XY = a \sum X + b \sum X^2$$

其中  $X = \frac{1}{2} \left( \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$  ( $\theta$  的单位应采用弧度)

$$Y=a \quad (\text{根据布拉格公式: } a = \frac{\lambda \sqrt{H^2 + K^2 + L^2}}{2 \sin \theta}, \lambda=0.154050 \text{ nm})$$

从联立方程式解出之  $a$  值即为精确的点阵参数值, 这种方法称为直线最小二乘外推法<sup>[52]</sup>。

表 3.11 最小二乘法求得的 AZ80 中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相点阵参数值Table 3.11 Lattice parameters of  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  in AZ80 calculated from least square approximataion

Treating condition	HKL	$\theta/(^\circ)$	$a / \text{nm}$	$\frac{1}{2} \left( \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	$a_0 / \text{nm}$
650°C	(411)	25.795	10.6336917	1.0889671	
Without ultrasonic	(332)	39.692	10.6417235	0.8909188	10.57842
	(721)	64.571	10.5968008	0.1838804	
	(510)	43.439	10.6131125	0.7311025	
	(411)	36.028	10.5671807	1.0760558	
650°C 72W	(332)	40.010	10.5582896	0.8758823	10.55318
15s	(721)	64.866	10.5538340	0.1793081	
	(510)	43.624	10.5702863	0.7238725	
	(411)	35.987	10.5859317	1.0783170	
650°C 72W	(332)	39.925	10.5821306	0.8801819	10.54845
30s	(721)	64.776	10.5668981	0.1806959	
	(510)	43.561	10.5848284	0.7263291	
	(411)	35.972	10.5830861	1.0790925	
650°C 72W	(332)	39.949	10.5760326	0.8790824	10.56680
50s	(721)	64.735	10.5728624	0.1813301	
	(510)	43.660	10.5619959	0.7224723	

表 3.11 为用直线最小二乘外推法求得的经不同超声处理时间后 AZ80 镁合金中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相点阵参数精确值  $a_0$ 。由 X-射线分析软件可知,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶体几何结构为体心立方结构。通过表 3.11 可以看出, 经超声孕育处理后的 AZ80 镁合金,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶格常数明显小于无超声处理的晶格常数, 尤其是超声处理时间为 30s 时,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶格常数  $a_0$  由未经超声处理时的 10.57842 nm 减小到 10.54845

nm, 随着超声处理时间增加到 50s 时,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶格常数有所增大, 但仍比无超声处理时小。

班春燕作了电磁场对二元合金晶格常数影响的描述, 部分实验结果如下表所示<sup>[54]</sup>。

表 3.12 经不同磁场处理后两种铝合金的晶格常数( $a_0$ )

Table 3.12 The lattice parameters of  $\alpha$ -Al in two Al-alloys solidified with different magnetic fields ( $a_0$ )

Solidification conditions	Al-5.3Zn	Al-1.2Cu
No magnetic field	4.0482	4.0483
AC magnetic field	4.0478	4.0473
DC magnetic field	4.0473	4.0469
Pulsed magnetic field	4.0472	4.0479

由表3.12中可以看出, Al-5.3Zn、Al-1.2Cu两种合金经各种磁场和电流处理后, 其晶格常数明显小于无磁场处理的晶格常数<sup>[54]</sup>。

可以看出, 晶格常数变化最大的是经直流(DC)电磁场处理后的 Al-1.2Cu 合金, 其晶格常数  $a_0$  由未经电磁场处理时的 4.0483 nm 减小到了 4.0469 nm, 变化率为 0.035%; 本文中 650°C 超声功率为 72W 时超声孕育处理 30s 后  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  的晶格常数变化幅度最大,  $a_0$  分别由未经超声孕育处理时的 10.57842 nm 减小到了 10.54845 nm, 变化率达到了 0.339%, 而这个变化率几乎是电磁场对 Al-1.2Cu 合金晶格常数影响变化率的 10 倍。可见, 对合金晶格常数的影响而言, 超声场对合金晶格常数的影响要远大于电磁场。

上述分析可见: 超声孕育处理可以显著影响  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的组织结构, 而且随着超声孕育时间的延长其晶格常数呈先减小后增大的变化趋势。这可能是由以下两方面原因引起的: 1) 固溶体的短程有序化。由于超声波在熔体中的传播会产生衰减, 所以它对熔体中各个部位的作用结果也不尽一致, 这可能会使固溶体变为短程有序, 固溶体由于短程有序化, 从而引起晶体结构的变化。2)  $\beta$  相中 Al、Zn 含量的变化。由于  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶体几何结构为体心立方结构, 当立方体中心原子被比其直径小的原子置换时会使得它的晶格常数变小。Mg 的原子半径为 0.16nm, Al 的原子半径为 0.119nm, Zn 的原子半径为 0.133nm, 可见 Al 和 Zn 的晶格常数均比 Mg 小, 当超声孕育处理使得  $\beta$  相中 Al、Zn 含量发生变化时, 其晶格常数也会发生变化。

### 3.4.3 超声处理对 AS41 合金 X 射线衍射图谱的影响

图 3.33 所示分别为无超声处理和经不同超声功率处理后 AS41 镁合金的 X 射线衍射图谱。通过对衍射图谱分析可知, AS41 镁合金主要有  $\alpha$  (Mg)、 $\text{Mg}_2\text{Si}$  和  $\beta$ - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  三相组成。对比以下四个图可以看出, 超声处理功率为 103W 时, AZ80 镁合金中  $\alpha$ (Mg) 的(101)和(103)晶面所对应的峰值强度都增大了, 而在(002)和(100)晶面所对应的峰值强

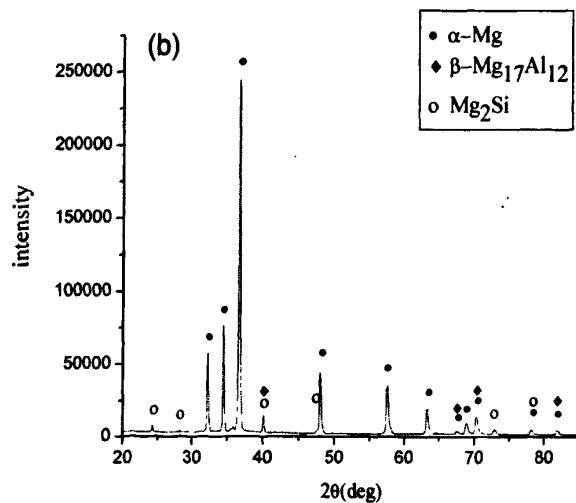
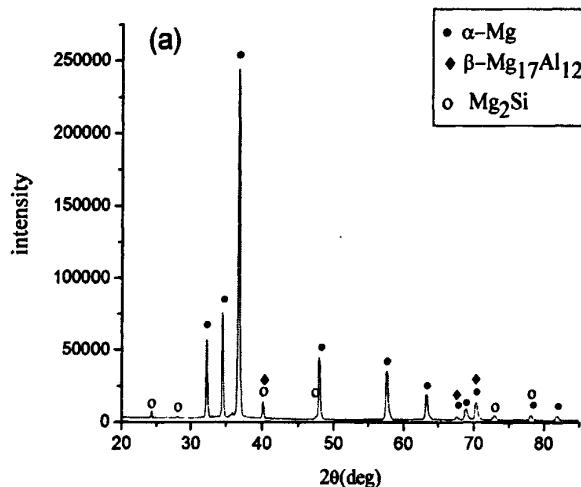
度却减小了，这说明超声处理使得  $\alpha$  (Mg) 在(101)和(103)晶面形成择优取向；随着超声处理功率的增大， $\alpha$  (Mg) 在各个晶面上的衍射强度变化不大。从图中还可以看出，AS41 镁合金熔体经过超声处理以后， $Mg_2Si$  相在各晶面的衍射强度变化不是很明显。

表 3.13 XRD 中  $\alpha$ -Mg 的晶面指数所对应的  $2\theta$  角Table 3.13 The indexes of crystallographic planse of  $\alpha$ -Mg correspondening to  $2\theta$  in XRD

HKL	101	002	100	103
$2\theta$	36.6	34.4	32.1	63.0

表 3.14 XRD 中  $Mg_2Si$  的晶面指数所对应的  $2\theta$  角Table 3.14 The indexes of crystallographic planse of  $Mg_2Si$  correspondening to  $2\theta$  in XRD

HKL	220	111	422	311
$2\theta$	40.0	24.0	72.8	47.4



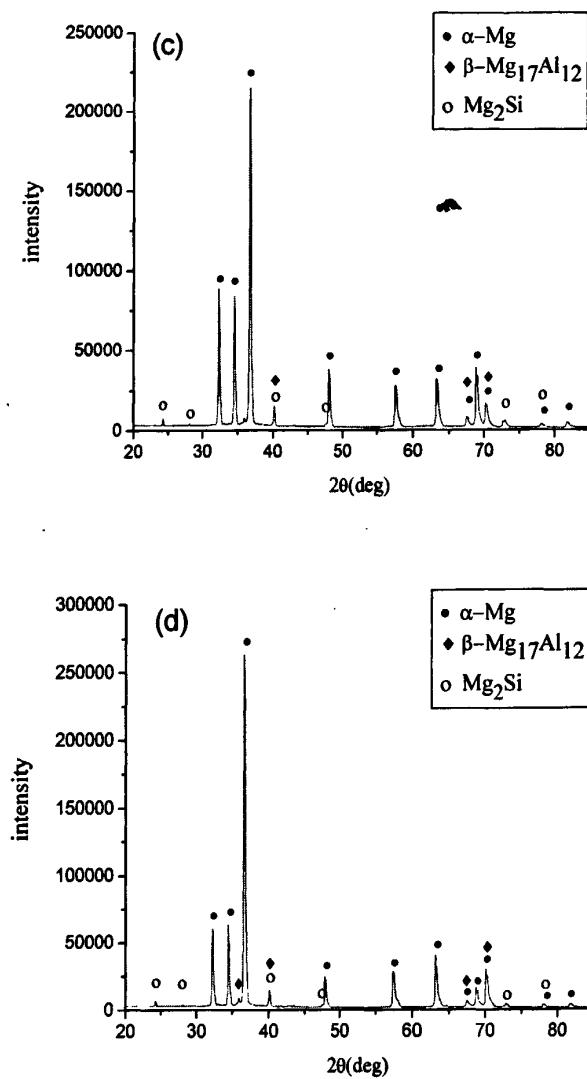


图 3.33 超声功率对 AS41 XRD 衍射图谱的影响(熔体温度: 650℃)

Fig.3.33 XRD diffraction results of the AS41 alloy with different continuous ultrasonic power  
(treating temperature: 650℃)

(a) without ultrasonic; (b) 103W×50s; (c) 268W×50s; (d) 782W×50s

#### 3.4.4 超声处理对 AS41 合金中 $Mg_2Si$ 相晶格常数的影响

表 3.15 是用直线最小二乘外推法求得的经不同超声功率处理后 AS41 镁合金中  $Mg_2Si$  相点阵参数精确值  $a_0$ 。由 X-射线分析软件可知,  $Mg_2Si$  相的晶体几何结构为体心立方结构。过表 3.13 可以看出, 超声处理功率为 103W 时,  $Mg_2Si$  的晶格常数  $a_0$  由 6.35078 nm 减小到 6.34520 nm, 随着超声功率增大到 268W 时  $a_0$  减小到 6.34328 nm, 变化率达到了 0.118%; 但当超声处理功率进一步增大时,  $Mg_2Si$  的晶格常数  $a_0$  明显增大, 而且比无超声处理时的晶格常数还要大。

表 3.15 直线最小二乘外推法求得不同超声处理条件下 AS41 合金中 Mg<sub>2</sub>Si 相点阵参数值  
Table 3.15 Lattice parameters of Mg<sub>2</sub>Si in AS41 calculated from least square approximatation

Treating condition	HKL	$\theta/(^\circ)$	a/nm	$\frac{1}{2} \left( \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	a <sub>0</sub> /nm
650°C	(220)	40.090	6.3560750	0.8726469	
Without ultrasonic	(111)	24.154	6.3767154	2.0047919	6.35078
	(422)	72.835	6.3561788	0.0798375	
	(311)	47.403	6.3552482	0.5880163	
	(220)	40.154	6.3463613	0.8697394	
650°C 50s	(111)	24.303	6.3379046	1.9882168	6.34520
103W	(422)	73.005	6.3434296	0.0781913	
	(311)	47.505	6.3423909	0.6196778	
	(220)	40.209	6.3380390	0.8672475	
650°C 50s	(111)	24.277	6.3445903	1.9910959	6.34328
268W	(422)	72.947	6.3477720	0.0787508	
	(311)	47.520	6.3405049	0.5841463	
	(220)	40.076	6.3582041	0.8732841	
650°C 50s	(111)	24.244	6.3530968	1.9947582	6.35787
782W	(422)	72.831	6.3564795	0.0798764	
	(311)	47.391	6.3567646	0.5884142	

### 3.5 分析与讨论

#### 3.5.1 超声细化机理

合金组织的细化程度对金属的机械性能有很大的影响，常温下，金属的晶粒越细小，强度和硬度则越高，同时塑性和韧性也好；此外，除了钢铁等少数金属材料外，其它大多数金属并不能通过热处理改变其晶粒度的大小，因此通过控制铸造时的结晶条件来控制晶粒度的大小，便成为改善机械性能的重要手段，而研究铸造时超声孕育细化机理也就具有一定的理论和实际意义<sup>[55]</sup>。

超声波在液体中传播时液体分子受到周期性交变声场的作用，产生声空化、声流效应及力学机制，从而引起熔体中流动场、压力场和温度场的变化。超声空化效应表现为泡核的振荡、生长、收缩及崩溃等一系列动力学过程，超声产生空化效应时的空化泡崩溃时可以在其周围产生 $10^4$  MPa（105个大气压）的高压和 $10^4$  °C左右的高温，温度变化速度高达 $10^9$  °C/s，必然对晶体的形核与生长产生影响。声流效应是由于超声波在熔体中传播时产生有限振幅衰减，使液体内从声源处开始形成一定的声压梯度，声压梯度导致了液体流动，搅拌金属熔体，可以提高温度场和化学成分的均匀性，凝固偏析现象得到改

善。

金属的结晶是晶核形成和长大的过程。形核率越大晶体长大速度越小获得组织的晶粒度也就越小。因此晶粒度取决于形核率N和长大速度G之比，比值N/G越大，晶粒度越小。根据分析计算<sup>[54]</sup>，单位体积中晶粒数目：

$$Z_v = 0.9 (N/G)^{3/4}$$

由此可见，凡能促进形核，抑制长大的因素都能细化晶粒。超声细化作用对金属结晶过程的影响具体体现在以下几方面：（一）在合金组织向胞状、树枝状转变的过程中，细小的二次枝晶及三次枝晶甚至一次枝晶臂很容易被超声波的搅拌作用所分断，并随着熔体内形成的超声波音响流而被分散到熔体的各处，在熔体中形成更多的原子集团，这些原子集团或相互碰撞而发生合并或成为独立的结晶核心，从而大大提高了形核率N，促进晶粒细化；（二）当临界晶核形成时，晶核的表面能大于体积自由能，形核阻力大于驱动力，需要另外补给能量才能形核，即需要对形核作功。这一形核功是过冷液体形核时的主要障碍，过冷液体需要一段孕育期才开始结晶的原因正在于此。形核功所需的能量一般由液体中的能量起伏和相起伏来提供。熔体中导入超声后，依靠从外面输入能量促使晶核提前形成，使熔体中核心质点形核的几率大大增加，从而提高形核率N；（三）固液界面前沿的温度梯度对晶体生长速度会产生较大影响。温度梯度可以分为正温度梯度和负温度梯度两种。负温度梯度是指过冷度随至界面距离的增加而增大。此时产生的结晶潜热既可以通过已结晶的固相和型臂散失，也可以通过尚未结晶的液相散失。大部分固溶体合金是在负温度梯度下生长的，其结晶面是粗糙界面，由于界面前沿的液体中的过冷度较大，如果界面的某一局部发展较快而偶有突出，它将伸入到过冷度更大的液体中，从而更有利于此突出尖端向液体中成长，形成一次晶枝，在一次晶枝形成的同时，主干与周围过冷液体的界面也是不稳定的，主干上同样会出现很多凸出尖端，它们长大成为新的晶枝……，从而形成树枝状生长方式。温度梯度越大，固液两相自由能差值越大，结晶驱动力也越大，晶体长大速度G也越大。合金熔体中到入超声波后，声流和热对流将会发生强烈的交互作用，能够显著改变熔体的温度梯度，可以明显提高温度场的均匀性，减小温度梯度，使固液两相自由能差值变小，结晶驱动力减小，晶体长大速度G也减缓。

超声空化和对流作用是细化组织的源动力，在熔体温度一定的情况下，脉冲超声功率越大时，其空化和对流作用也越强，但此时大功率超声产生的热效应开始扮演了一个很重要的角色。有研究表明<sup>[56]</sup>，液态金属的过热度对非均匀形核有很大的影响。当过热度不大时，可能不使现成质点表面状态有所改变，这对非均匀形核没有影响；当过热度

较大时，有些质点的表面状态改变了，如质点内微裂缝及小孔减少，凹曲面变为平面，使非均匀形核的核心数目减少；当过热度很大时，将使固态杂质质点全部熔化，这就使非均匀形核变为均匀形核，形核率大大降低。脉冲超声在熔体中也产生热效应，只不过由于其存在周期性的原因使得热效应占据主导地位时所需的功率更大而已。由此可见，超声空化和对流作用对组织的细化与超声热效应降低形核率是一对矛盾，超声处理条件促使哪个成为主要矛盾将直接决定组织的形态，而连续超声处理条件中的大功率和长的超声孕育时间都是促使其成为主要矛盾的必要条件。

### 3.5.2 连续超声功率对组织细化的影响机理

结合本实验可以发现，在较短的超声处理时间内（15s），随着超声功率的增大，基体 $\alpha$ (Mg)和 $\beta(Mg_{17}Al_{12})$ 相变的细小均匀，这说明声空化和声流作用产生的晶粒细化效果在熔体中起到了主导作用；但当功率增大到一定程度时（226W），组织并没有进一步细化，反而有变粗的趋势，这说明超声波所产生的热效应已经开始占据主导地位，超声热效应的存在，必将降低形核率，延长金属的结晶时间，这对晶粒细化是不利的，结晶时间越长，晶粒就越粗大。结合本实验同样可以发现，在较长的超声孕育处理时间内（50s），较小的超声功率处理熔体时（32或72W），超声细化效果显著，但随着功率进一步增大，超声波所产生的热效应占据了主导地位，助长了枝晶组织的长大，同时超声处理时间长会使得金属液的冷却速度相对缓慢，金属液的温度下降变的相对较为缓慢，这使得晶粒具有相对较多的时间充分长大，所以，在一定程度上减弱了功率超声细化晶粒的效果。

在AS41合金组织中， $Mg_2Si$ 化合物具有高熔点(1085℃)、高硬(460HV)、高弹性模量(120GPa)、低热膨胀系数 $7.5 \times 10^{-6}$  K<sup>-1</sup><sup>[51]</sup>。片状及汉字状的 $Mg_2Si$ 能否球化取决于Si，Mg的扩散能力。合金元素在基体中扩散的重要影响因素是其在基体合金中的溶解度。Si在镁合金中有限的固溶度(0.003%，原子分数)表明它在AS41合金里难以扩散<sup>[55]</sup>。

超声波能够产生声流及空化作用。声流的形式是环流和紊流的结合。声流使得金属熔体上下翻滚，使金属熔体受到一定的搅拌作用，因此可以明显的提高温度场和化学成分的均匀性；还有在空化过程中，熔体局部产生极高的压力和温度，而且随着超声功率的增大，热效应不断增强。强大超声所产生的声流及空化作用产生的热效应，一方面使原子的振动能和扩散系数得以提高，另一方面热效应使得 $Mg_2Si$ 溶解，同时大量的空穴、位错、亚晶界等缺陷的存在，将加速Si在合金中的扩散。使得Si的扩散沿晶界和相界面更容易进行。显然，在 $Mg_2Si$ 颗粒球化过程中Mg /  $Mg_2Si$ 界面起到了非常重要的作用<sup>[55]</sup>。

<sup>56,57]</sup>。在本实验中,与AZ80、AZ91镁合金不同的是,较小功率时不论是Mg<sub>2</sub>Si相还是组织晶粒度细化效果都不是很理想,随着超声功率的不断增大,组织细化效果不断增强,这可能是由于较大功率超声时其产生的热效应能量主要用于了Mg<sub>2</sub>Si的细化与球化,而此时声空化和声流作用产生的晶粒细化效果在AS41合金熔体中一直起着主导作用。

### 3.5.3 连续超声孕育处理时间对组织细化的影响机理

超声孕育时间对AZ80和AZ91合金的组织形态有着很大的影响。可以看出,在较小的超声处理功率时(超声强度为4.6W/cm<sup>2</sup>),随着超声处理时间的延长组织不断细化,但超声处理时间过长时(80s)组织反有粗化的趋势;在较大的超声处理功率时(超声强度为33W/cm<sup>2</sup>),较短的处理时间(15s)内便获得了良好的细化效果,随着超声处理时间的延长组织不断粗化。显然,上述分析的两种情况形成了矛盾,此现象可以这样解释:在超声频率一定的条件下,超声波的功率越大,热效应也变的越显著。有实验证明<sup>[60]</sup>,在功率超声处理下水的升温实验中,一定体积的水每升温1℃所需要的时间就越短,超声波功率越大,水升温的速度越快。超声的热效应势必延长金属的结晶时间,削弱超声细化效果。

从动力学条件分析,由于片状Mg<sub>2</sub>Si的薄厚及曲率不同,与之对应的周围固溶体基底的溶解度也有差异。第二相粒子半径愈小,母相的溶解度愈高<sup>[55]</sup>。即曲率半径小的Mg<sub>2</sub>Si具有更高的化学自由能。超声空化作用产生的空化泡在崩溃过程中,产生强烈冲击波会击碎初生晶体和正在长大的晶体,使之成为破碎的质点,在声流的搅拌作用下,弥散的分布于熔体中,提高了生核率,局部的高温高压使其扩散能增大,而这些过程随着超声处理时间的延长,使得Si、Mg原子具有足够的动力学条件发生聚集球化。此时,在曲率半径较小处将首先发生部分Mg<sub>2</sub>Si溶解,使连续的Mg<sub>2</sub>Si薄片在曲率较大处溶断,并逐步依靠自发球化的趋势通过向未溶的粒状Mg<sub>2</sub>Si化合物扩散聚集完成球化过程<sup>[55]</sup>。

### 3.5.4 连续超声孕育温度对组织细化的影响机理

合金熔体浇注温度越高,在相同的冷却条件下其过冷度就越小,固液两相自由能的差值较小,结晶的驱动力小,同时熔体中保留的非均匀形核核心在冷却过程中有充分的时间长大;采用低的浇注温度可以增加过冷度,减少液体的过热度,以便在熔体中保留的较多的形核核心,提高形核率,浇注温度越低则晶粒尺寸越小。结合图3.26可以发现,无论是AZ80合金还是AS41合金,无超声处理时的高温熔体水淬后合金组织更为粗大。

空化效应的产生与超声的作用温度是密切相关的。温度低熔体粘度太大，不利于超声波在熔体中的传导，不利于空化效应的产生。提高超声处理温度后，由于温度升高，熔体的体积粘滞系数下降，空化强度提高，熔体中空化核心增多，空化泡内气体含量增大，崩溃的缓冲效应提高。在声空化泡形成长大的过程中，气泡的尺寸迅速增大，导致其内部的液体蒸发，空化泡的增大和内部液体的蒸发会从周围吸收热量，这将导致空化泡表面的金属熔液的温度降低，造成局部过冷，因此在空化泡的附近成核。因此，高温熔体下的超声细化效果较低温熔体要好些，本实验也证实了这点。

### 3.6 小结

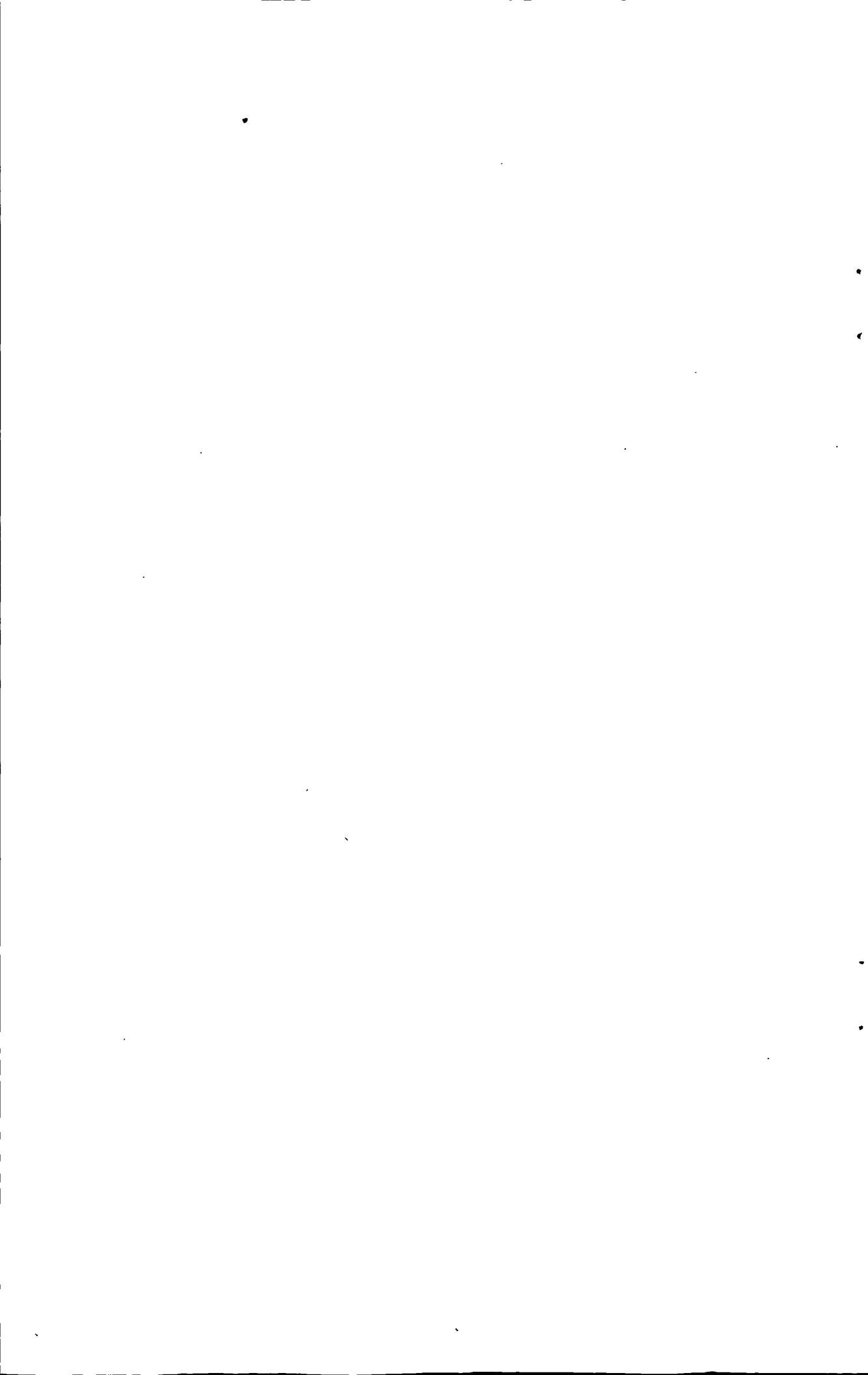
(1) 连续超声孕育处理能够明显地细化AZ80与AS41镁合金的组织。合金熔体经超声处理后，AZ80合金基体组织中枝晶退化，网状 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相结构不连续化，组织晶粒度变小；AS41镁合金组织中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相细化、弥散化。

(2) 连续超声孕育处理AZ80熔体时，高功率短时间或低功率长时间孕育处理时均可以获得晶粒细化效果。在本试验范围内，650°C AZ80镁合金熔体的最优孕育细化条件为226W (32W/cm<sup>2</sup>) ×15s或32W (4.5W/cm<sup>2</sup>) ×50s。

(3) 连续超声孕育处理 AS41 熔体时，超声功率对 AS41 合金熔体的影响存在一个最优值，此最优细化条件为 268W (38W/cm<sup>2</sup>) ×50s；在功率为 100W(14.1W/cm<sup>2</sup>)时，随时间延长晶粒持续细化。AS41 合金中的  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相随超声功率增加而持续细化，但超声孕育时间似乎有个孕育处理时间门槛值，尚需更进一步的探讨。

(4) 本实验中，在较高的超声孕育温度下超声细化效果较佳。

(5) 连续超声处理镁合金熔体能显著改变其凝固组织中的析出相的点阵常数。AZ80 合金中的 $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ 相晶格常数随连续超声孕育时间延长呈现先减小后增大的趋势；AS41合金中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相随连续超声功率的增加也呈相同的变化规律。这可能与超声孕育所致的固溶体的短程有序化或者析出相的元素固溶量变化有关。



## 第四章 脉冲超声孕育处理对镁合金组织的影响

脉冲超声在食品工业和临床医疗中有着广泛的应用，结果表明，它有着自己独特的处理效果，如低强度脉冲超声可以促进关节软骨缺损的修复等。目前尚未见到关于脉冲超声在金属凝固方面应用的报道。

脉冲超声孕育处理过程中脉冲超声对熔体的作用是孕育期与间歇期交替的过程。这种交替性作用在熔体中势必影响金属的结晶行为，导致金属的组织及力学性能发生变化。因此研究脉冲超声孕育处理对合金组织性能的影响是很有意义的。

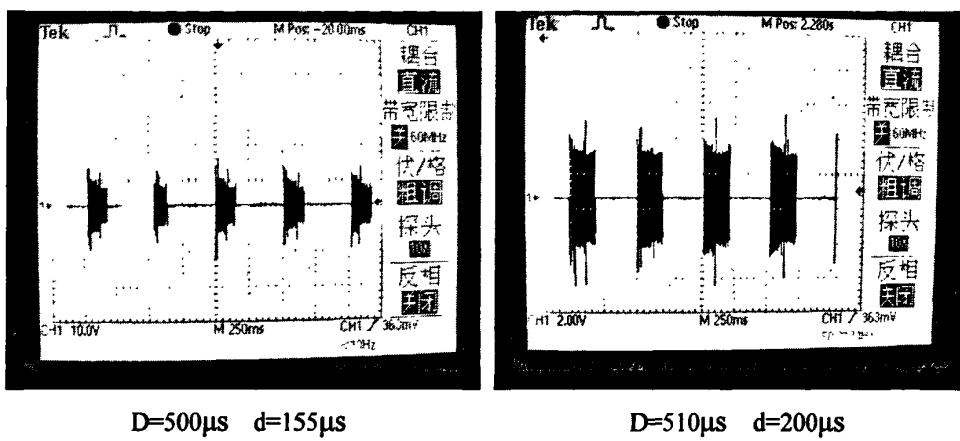


图4.1 部分脉冲周期与脉宽的测量数据

Fig.4.1 Measurements part data of pulse width and pulse period

连续超声孕育处理过程中超声对熔体的作用是一个持续的过程。超声对熔体所做的功可表示为  $W=Pt=Ult$ ，( $U$  和  $I$  从示波器直接读出,  $t$  从秒表读出)。显然，在整个连续超声孕育处理过程中连续超声的平均功率  $P_A=UI$ 。

脉冲超声孕育处理过程中脉冲超声对熔体的作用是孕育期与间歇期交替的过程，也就是在每一个周期  $D$  内，都有一段时间(图 4.1 中两脉冲超声波之间空白处的时间间隔)脉冲超声并不对熔体作用，这一间歇时间  $t_f$  可表示为  $t_f=D-d$ 。所以在一个脉冲周期内，脉冲超声对熔体的作用时间仅为  $d$ ，即脉宽，那么在  $d$  这段时间内脉冲超声对熔体所做的功  $W_d=Ult$ ，反映在整个周期内其平均做功为  $W_A=Ult/D$ 。因此，在整个脉冲超声孕育处理过程中脉冲超声的平均功率  $P_A=W_A/t=Ult/D=Pd/D$ 。本文中应用的脉冲超声功率均为示波器中显示的电流  $I$  与电压  $U$  的乘积，即  $P$ 。

上述分析中可以看出，直接从示波器上读出的  $UI$  乘积所表示的脉冲超声功率和连续超声功率相比较是没有意义的，当脉冲超声功率转化为平均功率  $P_A$  时与连续超声功率才有一定的参照可比性。为了便于和第三章连续超声功率进行比较，更深入的研究脉冲超声功率对组织变化的影响行为，作者对本文涉及到的部分脉冲超声的平均功率  $P_A$

与功率 P、脉宽 d、脉冲周期 D 的函数关系做了较深入的研究，结果如下面图表所示。

表 4.1 脉冲超声平均功率  $P_A$  与表观功率 P 的关系表

Table 4.1 Relationship of pulse ultrasonic power  $P_A$  and apparent ultrasonic power P

P / W	d/μs	D/μs	$P_A$ / W
316	210	510	130
447	210	510	184
788	210	510	324

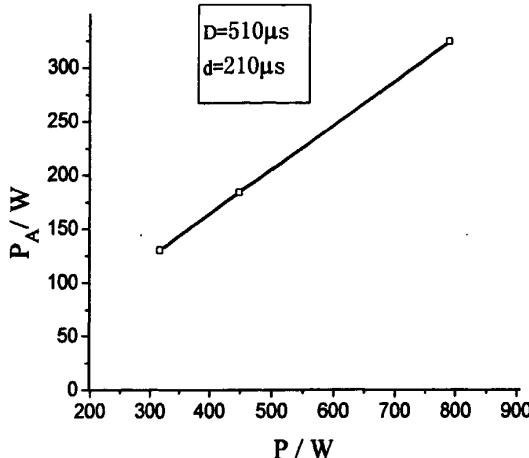


图 4.2  $P_A$  和 P 的关系图

Fig. 4.2 Relationship of  $P_A$  and P

表 4.2 脉冲超声平均功率  $P_A$  与脉宽 d 的关系表

Table 4.2 Relationship of pulse ultrasonic power  $P_A$  and pulse width d

d/μs	P / W	D/μs	$P_A$ / W
110	149	500	33
155	149	500	46
200	149	500	60

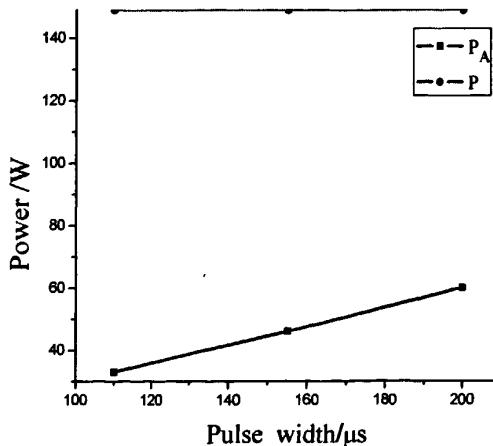
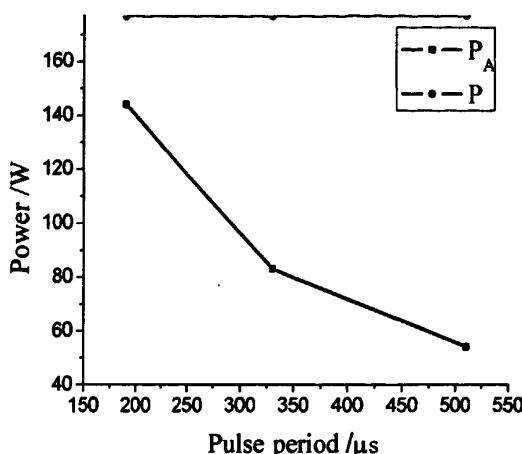


图 4.3  $P_A$  和 d 的关系图

Fig. 4.3 Relationship of  $P_A$  and d

表 4.3 脉冲超声平均功率  $P_A$  与脉冲周期 D 的关系表Table 4.3 Relationship of pulse ultrasonic power  $P_A$  and pulse period D

D/ $\mu$ s	d/ $\mu$ s	P/W	$P_A$ /W
190	155	177	144
330	155	177	83
510	155	177	54

图 4.4  $P_A$  和 D 的关系图  
Fig. 4.4 Relationship of  $P_A$  and D

## 4.1 脉冲超声功率对合金凝固组织的影响

### 4.1.1 脉冲超声功率对 AZ80 镁合金凝固组织的影响

为考察镁合金熔体脉冲超声孕育处理时功率对凝固组织的影响规律, 本节研究了 AZ80 镁合金熔体分别在液相线温度以上 40℃ 和 80℃ 超声处理一定时间后(AZ80 液相线温度约为 610℃, AZ91 液相线温度约为 595℃)超声功率对凝固组织的影响。超声处理以后把熔体随同坩埚直接水冷, 观察其水淬组织的变化情况。

#### 4.1.1.1 脉冲超声功率对 AZ80 显微组织的影响

图 4.5 是在不同的脉冲超声功率条件下超声孕育 50s 时 AZ80 合金的铸态组织图。690℃无超声时, 见图 4.5(a), 枝晶组织非常发达, 可以估测其较大枝晶平均直径约在 250 $\mu$ m 以上; 脉冲超声功率为 316W 时, 见图 4.5(b), 铸态组织得到明显改善, 粗大的放射状枝晶消失,  $\alpha$ (Mg) 得到显著细化, 并且出现蔷薇化和球化趋势, 形成了许多等轴或不规则的细小晶粒, 其平均直径约在 100 $\mu$ m 左右; 随着脉冲超声功率的增大, 枝晶出现焊合现象, 合金组织中开始出现放射状枝晶, 组织呈枝晶与近蔷薇状组织并存状态, 而且超声功率越大放射状枝晶主干越发达。

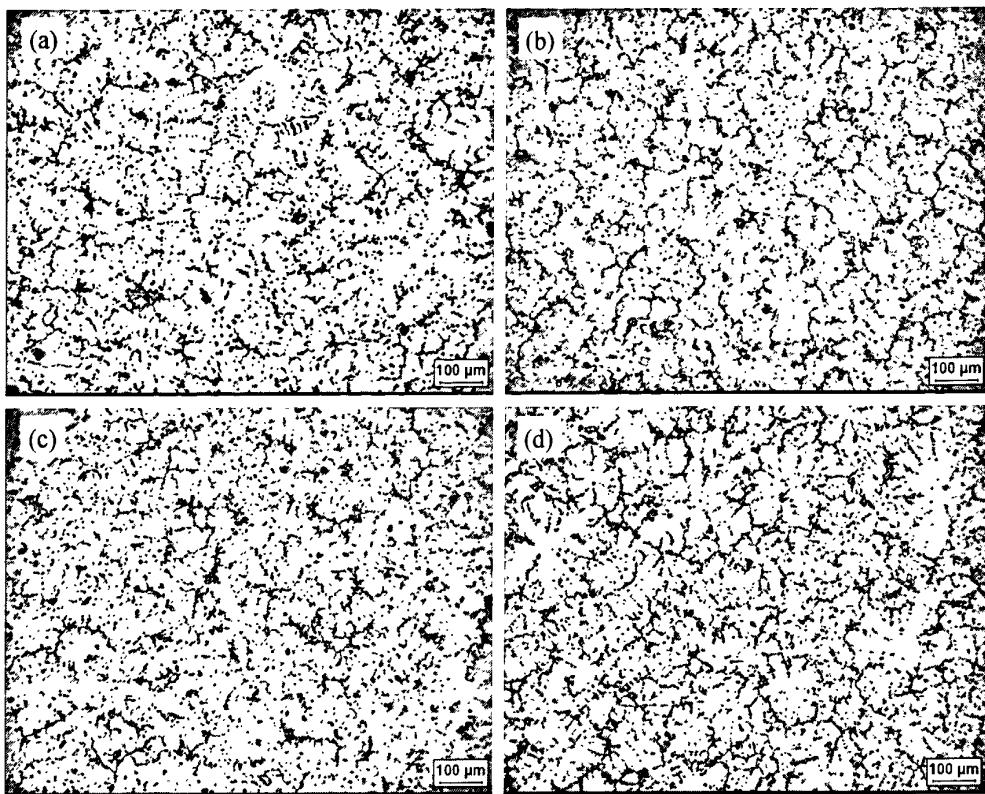


图 4.5 脉冲超声孕育处理时功率对 AZ80 显微组织的影响

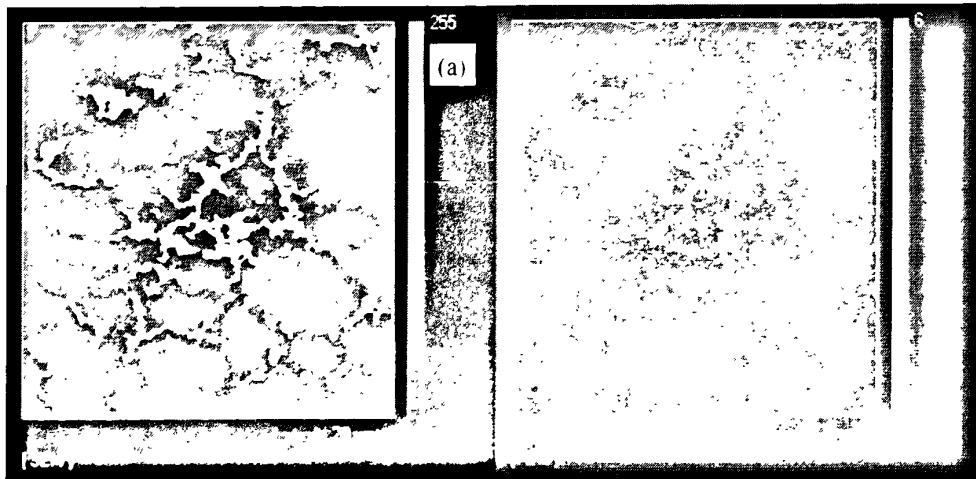
Fig. 4.5 Effect of pulse ultrasonic power on the microstructure of AZ80 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 316W; (c) 447W; (d) 788W

$T=690^{\circ}\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=210\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$

为了更进一步考察脉冲超声功率对 AZ80 镁合金组织中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相及主合金元素微观分布的影响，本文对凝固组织进行 SEM 分析。

图 4.6 为 AZ80 镁合金熔体在不同脉冲超声功率处理条件时铸锭中心部位组织 Al 元素的 SEM 图象。



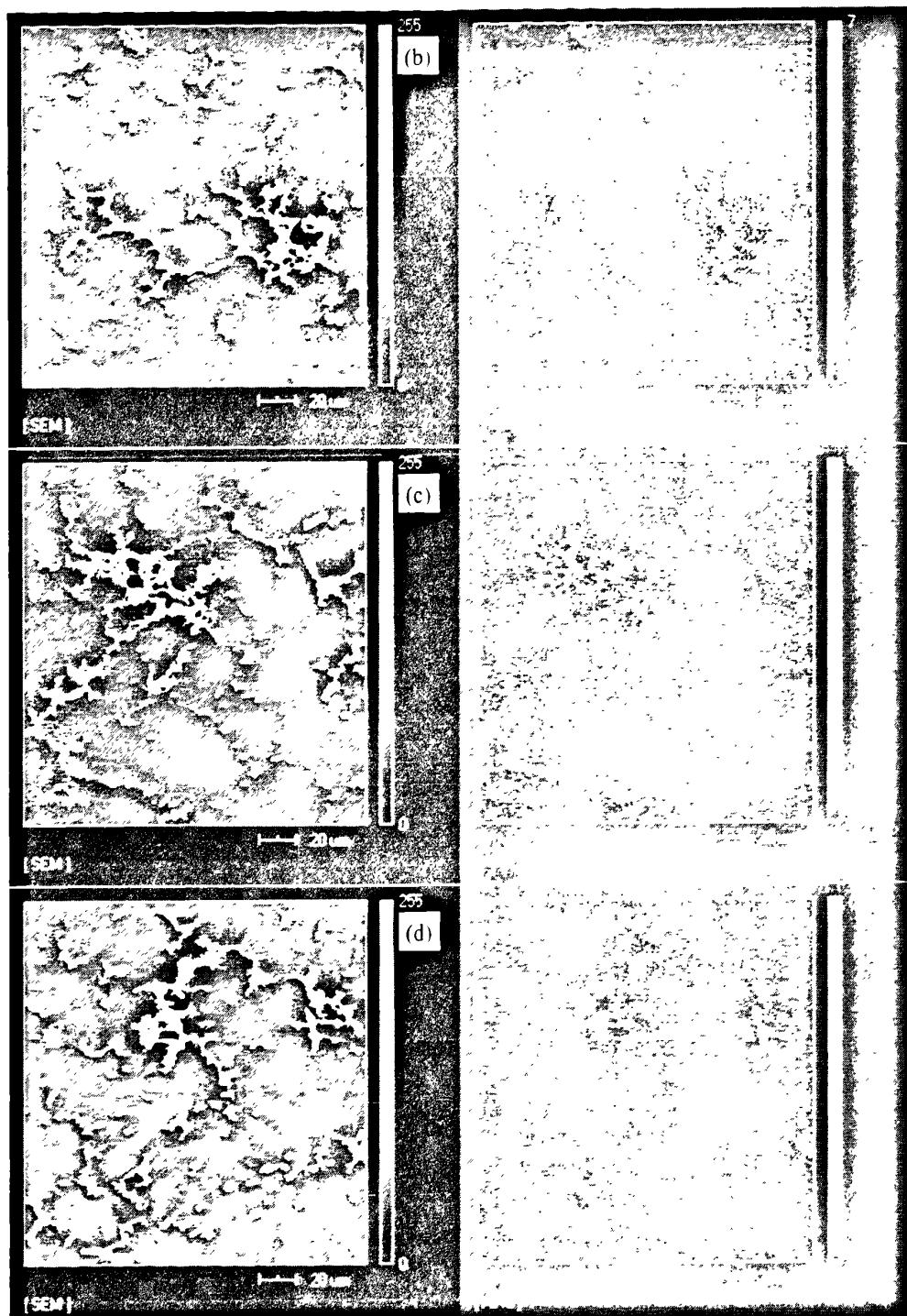


图 4.6 AZ80 组织中的 Al 元素 SEM 面扫描

Fig.4.6 SEM images of AZ80 and the distributions of chemical element Al

(a) without ultrasonic; (b) 316W; (c) 447W; (d) 788W

T=690°C t=50s d=210μs D=510μs

AZ80 镁合金中的 Al 元素在合金中起到固溶强化的作用，当合金中 Al 含量低于 10% 时，随着合金中 Al 含量的增加，Al 在  $\alpha$  (Mg) 相中的固溶度增加，强化效果也随之增强。

从图 4.6 可以发现, 除了部分 Al 溶解在  $\alpha$  (Mg) 基体中, 大部分 Al 与 Mg 反应形成  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, 而且铝含量从晶界到晶粒中心逐渐减少; 从 Al 元素的面扫描可见, 施加功率为 316W 的脉冲超声后, Al 元素分布发生并没有发生十分明显的变化, 只不过 Al 元素面扫描图片中不连续网状  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相的亮度略有变暗, 基体中的 Al 含量也稍有增加, 这可能与超声处理后  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相减少释放出来的 Al 多数固溶在基体中有关; 随着超声功率进一步增大时, Al 元素分布发生发生了较明显的变化, 从 Al 元素面扫描图片中可以看出呈连续网状的  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相亮度明显增强, 而基体的亮度却减弱了, 这说明 Al 元素分布更加趋于集中在  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相上, 这可能与随着超声功率的增大  $\beta$ (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) 相的数量明显增多有直接关系,  $\beta$  相的面积随超声功率的变化情况见表 4.4。

图 4.7 是 AZ80 合金熔体经不同功率超声孕育处理后铸锭中心部位微观组织的 SEM 扫描图象, 放大倍数为 200 倍。每个试样中心不同部位随机扫描三次, 然后利用 IPP 软件对单位面积内 ( $306800\mu\text{m}^2$ )  $\beta$  相个数和平均尺寸进行综合分析, 统计结果见表 4.4, 单位面积内  $\beta$  相的个数与平均尺寸随功率的变化趋势如图 4.8 与图 4.9 所示。

表 4.4  $\beta$  相的个数和平均尺寸统计

Table 4.4 Statistic data of quantity and average dimension of  $\beta$  phase

(T=690°C t=50s D=510μs d=210μs)

Condition	Field number	A/ $\mu\text{m}^2$	B	C/ $\mu\text{m}^2$	A/ $\mu\text{m}^2$ (mean)	C/ $\mu\text{m}^2$ (mean)	B (mean)
Without ultrasonic	1	29.0	854	24911	32.3	25890	804
	2	36.5	738	26965			
	3	31.5	820	25793			
P=316W	1	29.0	764	22427	27.2	23030	843
	2	26.9	915	24695			
	3	25.8	851	21969			
P=447W	1	31.1	959	29786	33.0	29421	888
	2	34.5	897	30970			
	3	34.0	809	27507			
P=788W	1	31.2	855	26674	29.3	26509	916
	2	30.5	912	27080			
	3	26.2	982	25772			

注: A-Average area of  $\beta$  phase in the field; B-Amount of  $\beta$  phase in the field;

C-Total area of  $\beta$  phase in the field;

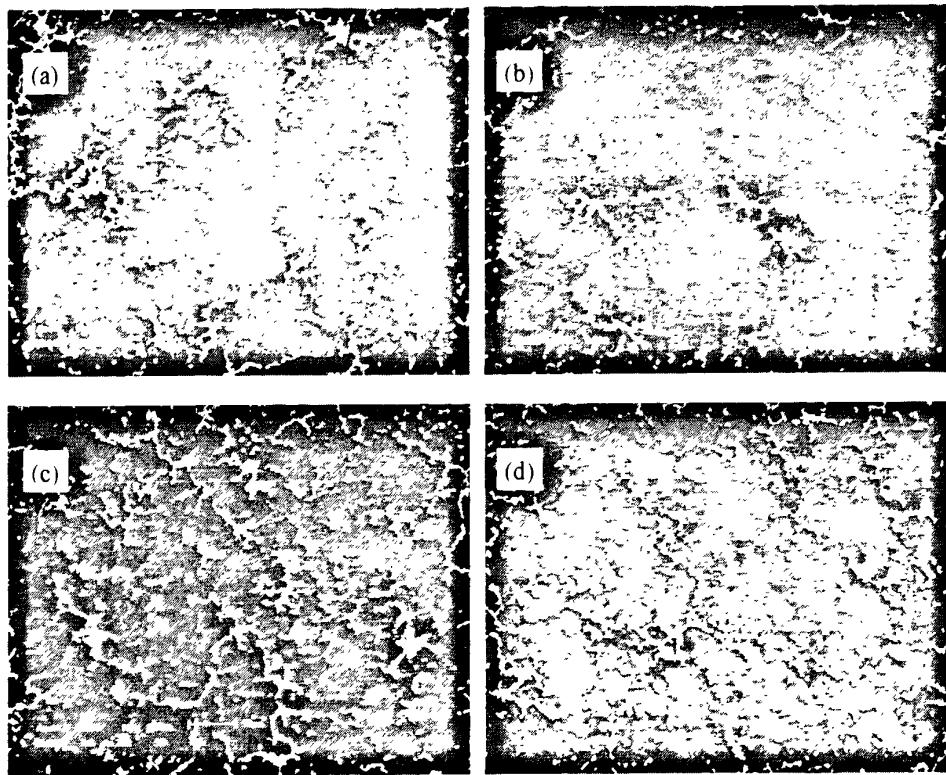
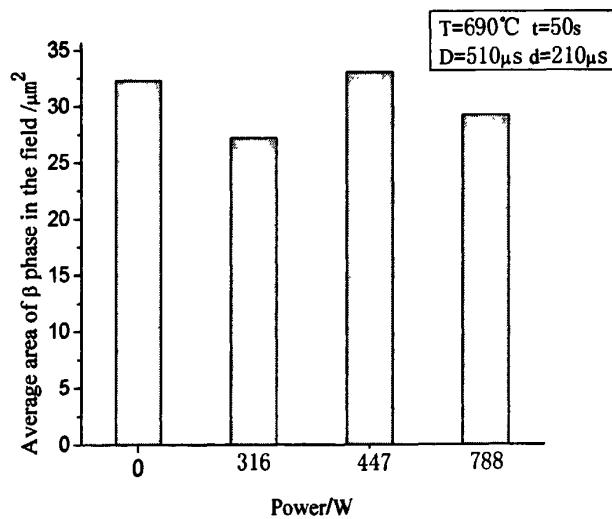


图 4.7 AZ80 合金组织中心部位 SEM 扫描图象

Fig.4.7 SEM micrographs showing the microstructures of AZ80 alloy in center zones

(a) without ultrasonic; (b) 316W; (c) 447W; (d) 788W

 $T=690^{\circ}\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=210\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$ 图 4.8 脉冲超声功率对单位面积内 ( $306800\mu\text{m}^2$ )  $\beta$  相平均尺寸的影响关系图Fig.4.8 The effect of pulse ultrasonic power on the average quantity of  $\beta$  phase ( $306800\mu\text{m}^2$ )

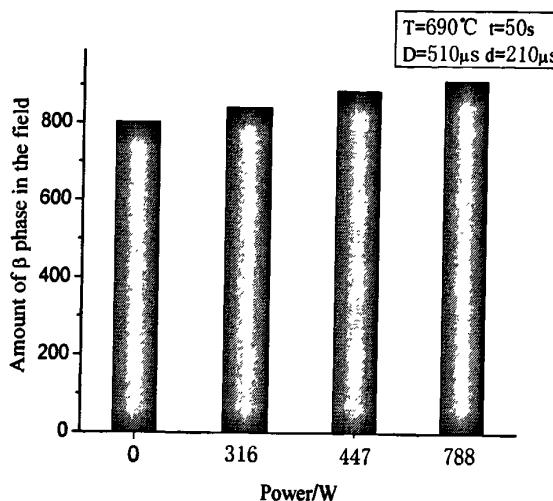


图 4.9 脉冲超声功率对单位面积内 ( $306800\mu\text{m}^2$ )  $\beta$  相个数的影响关系图

Fig.4.9 The effect of power of pulse ultrasonic on the average dimension of  $\beta$  phase in the field ( $306800\mu\text{m}^2$ )

可以看出,未作超声处理时 AZ80 合金的微观组织中包含了大量的骨骼状或大块状的  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  离异共晶化合物,其主要呈连续网状分布于晶界处,见图 4.7,经 Leica 软件分析,未作超声处理时 AZ80 合金组织中单位面积内  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相个数与平均尺寸分别为 804 个/ $306800\mu\text{m}^2$  与  $32.3\mu\text{m}$ ;超声功率为 316W 处理时间为 50s 时,连续网状的  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相变的不连续而且细小均匀,有的甚至转变成了  $\beta$  相质点弥散在组织中,同时  $\beta$  相的个数增加到 843 个/ $306800\mu\text{m}^2$ ,平均尺寸则下降到  $27.2\mu\text{m}^2$ ;随着超声功率的增大, $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相又变的连续起来,但单位面积内  $\beta$  相的个数却呈不断增加的趋势,值得注意的是在超声功率为 447W 时,  $\beta$  相的平均尺寸出现的异常的反弹,原因需进一步探讨。

本组实验是在脉冲超声功率较大的条件下进行的(超声强度 $>46\text{W/cm}^2$ ),从上述分析可见,脉冲超声可以细化组织中的  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相,但超声功率特别大(超声强度 $>67\text{W/cm}^2$ )时对  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的细化效果反而不好。

#### 4.1.1.2 脉冲超声功率对 AZ80 晶粒尺度的影响

图 4.10 显示的是 690°C 时 AZ80 合金熔体经不同脉冲超声功率孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.5, 平均晶粒度随脉冲超声功率的变化趋势如图 4.11 所示。

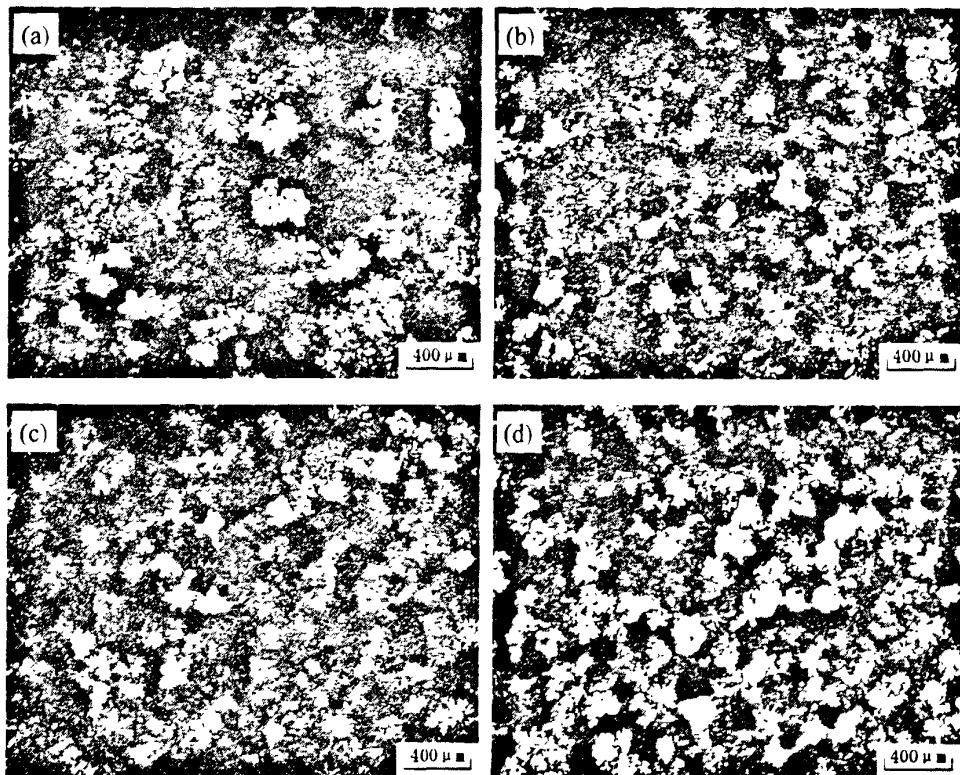


图4.10 脉冲超声处理时功率对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.4.10 Effect of ultrasonic power on the grain size of AZ80 alloy after pulse ultrasonic treatment

(a) without ultrasonic; (b) 316W; (c) 447W; (d) 788W

 $T=690^{\circ}\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=210\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$ 

表 4.5 AZ80 合金平均晶粒度和晶粒度等级

Table 4.5 Average grain size and grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	242.1	149.2	154.4	173.2
晶粒度等级 G	0.9	2.2	2.1	1.8

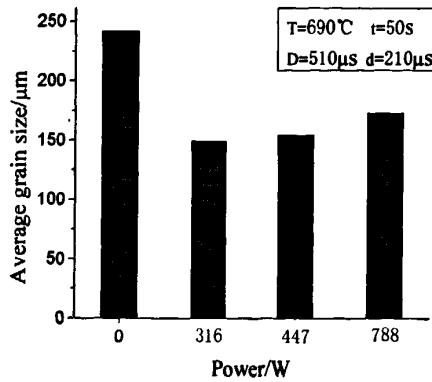


图4.11 脉冲超声功率对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.4.11 Effect of pulse ultrasonic power on the the grain size of AZ80 alloy

可以看出，超声处理功率为 316W 时，组织晶粒度发生了较明显的变化，晶粒度和

晶粒度等级分别由原来的  $242.1\mu\text{m}$  和 0.9 变到了  $149.2\mu\text{m}$  和 2.2；随着超声功率的增大，晶粒度有所增大，但变化趋势较缓。对比连续超声孕育处理时（熔体温度： $690^\circ\text{C}$ ；处理时间：50s）功率对组织晶粒度的影响规律可以发现，本组实验条件下晶粒度随脉冲超声功率的变化趋势与其相似，只不过本组实验中施加的超声功率强度较大（超声强度 $>45\text{W/cm}^2$ ）。

参照本章最开始分析可知，脉冲超声功率为 316W 时其平均功率为 130W，在此实验条件下超声孕育处理 50s 后得到的组织晶粒度为  $149.2\mu\text{m}$ ；连续超声实验中功率为 128W 时超声孕育处理 50s 时组织晶粒度为  $176.2\mu\text{m}$ ，比较可见，在此脉冲超声实验条件下，其平均功率与超声孕育处理时间和上述连续超声孕育处理条件相当，但其对组织的细化效果较连续超声好些。

#### 4.1.2 脉冲超声功率对 AS41 凝固组织的影响

##### 4.1.2.1 脉冲超声功率对 AS41 晶粒尺度的影响

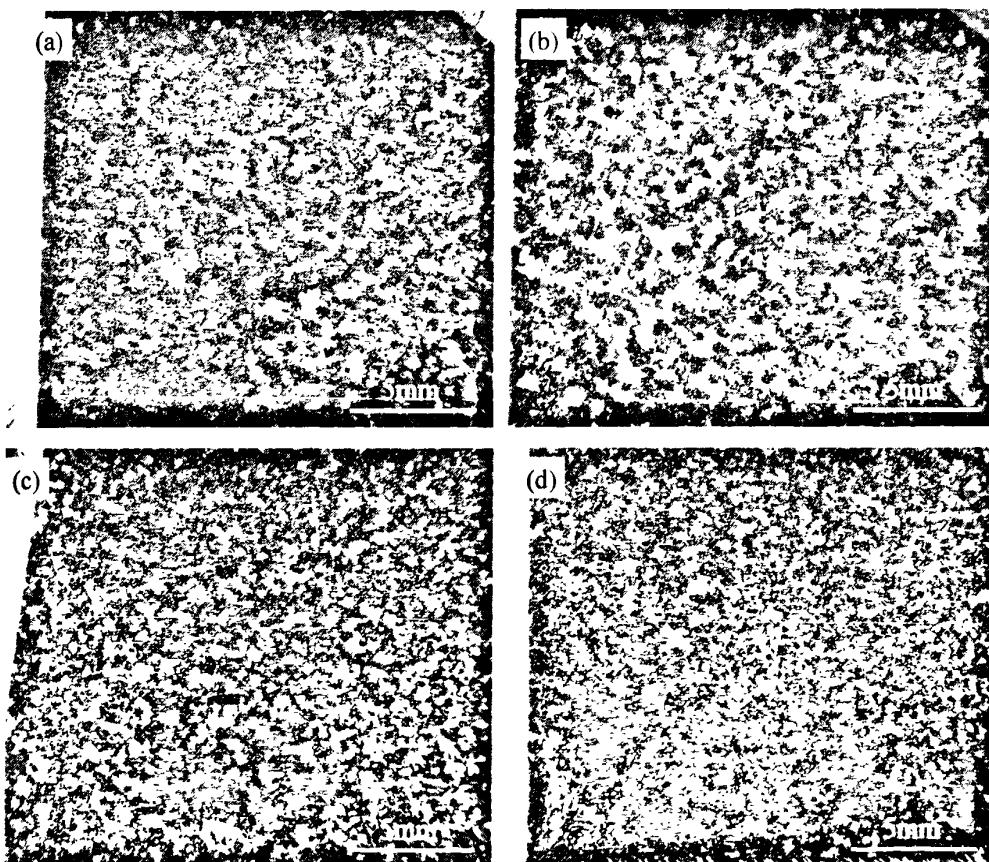


图 4.12 脉冲超声孕育处理时功率对 AS41 合金宏观组织的影响

Fig.4.12 Effect of power of pulse ultrasonic on the macrostructure of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 52W; (c) 153W; (d) 400W

$T=650^\circ\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$

为考察镁合金熔体脉冲超声处理时超声功率对凝固组织的影响规律,本节研究了AS41镁合金熔体在650℃与700℃下分别施加不同功率超声处理50s时凝固组织的变化情况。超声处理功率分别为52W,153W和400W,然后把熔体随同坩埚直接水冷,观察其水淬组织的变化情况。

图4.12分别为无超声和经不同脉冲超声功率处理后AS41合金的宏观组织图片。将超声处理与未经超声处理试样相比较表明,熔体经某些特定功率和时间的超声处理可以显著细化晶粒,见图4.12(c)、图4.12(d);而某些超声处理条件( $P=52W$ 、 $T=650^{\circ}\text{C}$ 、 $t=50\text{s}$ 、 $d=155\mu\text{s}$ 、 $D=510\mu\text{s}$ )晶粒细化效果并不明显,甚至有粗化的趋势,见图4.12(b)。从上图中还可以发现,当超声功率大到一定程度时,超声处理对宏观组织的细化才会起到明显的作用。在本实验中,在一定的功率范围内,随着超声功率的增大,组织不断细化。

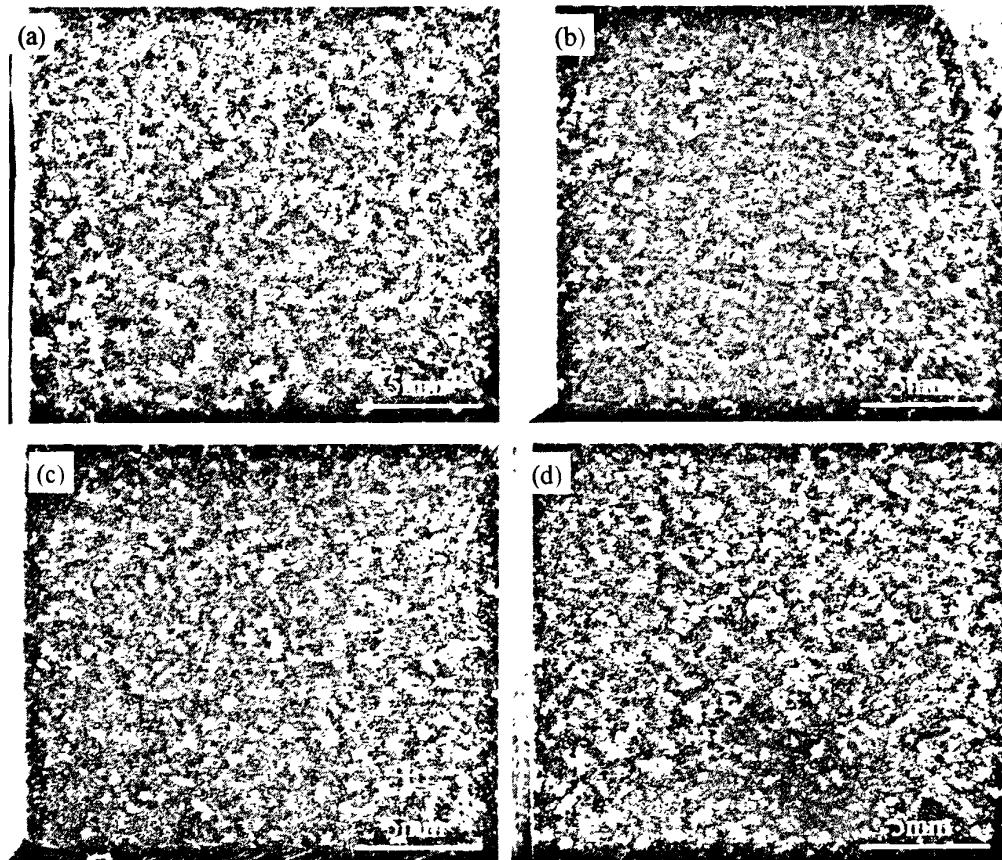


图4.13 脉冲超声孕育处理时功率对AS41合金宏观组织的影响

Fig.4.13 Effect of pulse ultrasonic power on the macrostructure of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 52W; (c) 153W; (d) 400W

$T=700^{\circ}\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$

图4.13是熔体温度为700℃时经不同脉冲超声功率处理后AS41宏观组织图片。可以看出,经过超声处理后的合金试样的宏观组织细化较为明显,与图4.12相区别的是,本组实验中,在较小的超声处理功率下(52W),合金的宏观组织就得到了明显的细化。

这可能是由于在较高的超声处理温度下，熔体的黏度小，在较小的超声功率下，超声所产生的空化和对流作用便可以使合金得到细化。

为了能够定量的考察脉冲超声功率对组织晶粒度的影响规律，本文对合金组织作了偏光晶粒度分析。图 4.14 和图 4.15 显示的分别为 650℃与 700℃时 AS41 合金熔体经不同功率脉冲超声孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.6 和表 4.7，平均晶粒度随脉冲超声功率的变化趋势如图 4.16 所示。

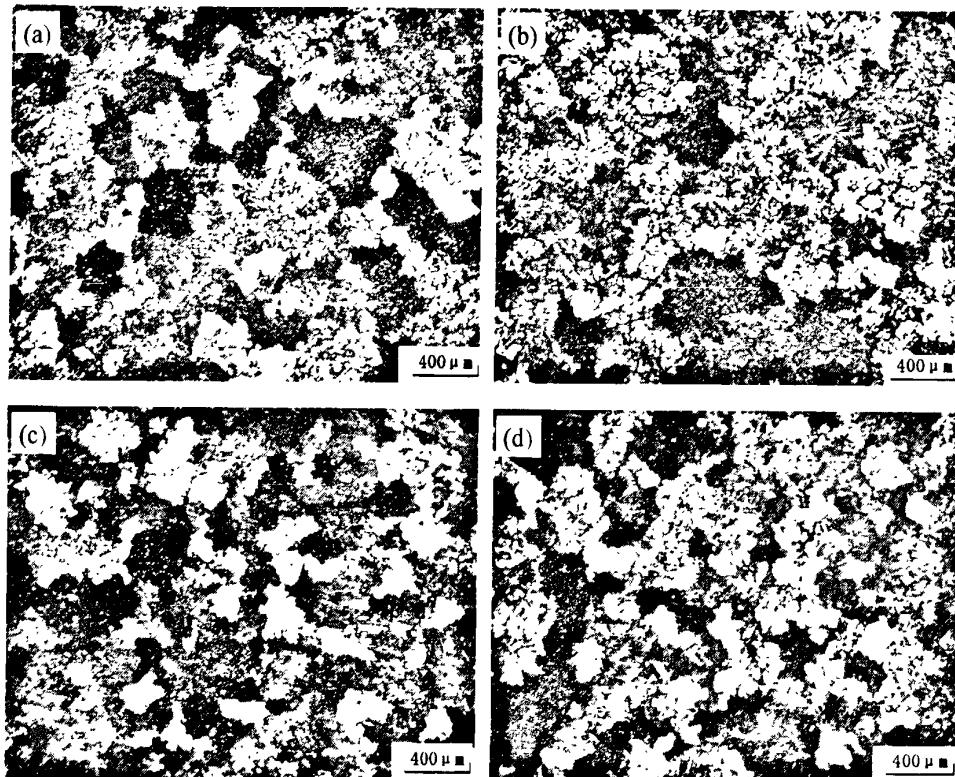


图4.14 脉冲超声孕育处理时功率对AS41合金晶粒度的影响

Fig. 4.14 Effect of pulse ultrasonic power on the grain size of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 52W; (c) 153W; (d) 400W

$T=650^{\circ}\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$

表 4.6 AS41 合金平均晶粒度及其对应的晶粒度级别

Table 4.6 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	277.4	258	188	183
晶粒度等级 G	0.5	0.7	1.6	1.7

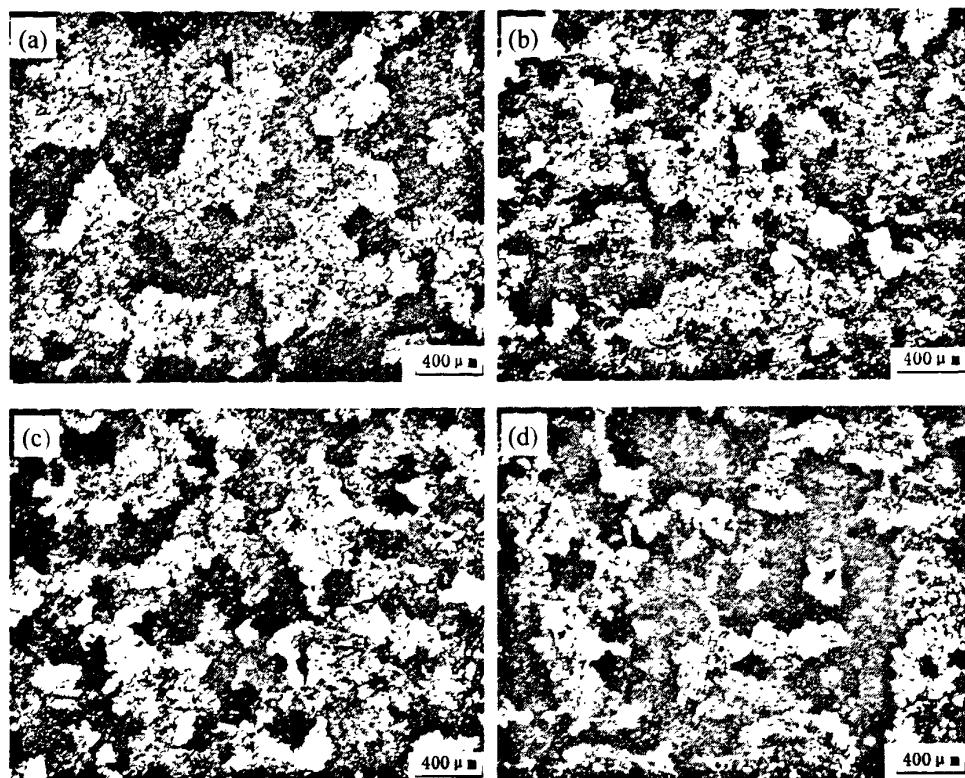


图4.15 脉冲超声孕育处理时功率对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.15 Effect of pulse ultrasonic power on the grain size of AS41 alloy ( $T=700^{\circ}\text{C}$ ,  $t=50\text{s}$ ,  $d=155\mu\text{s}$ ,  $D=510\mu\text{s}$ )

(a) without ultrasonic; (b) 52W; (c) 153W; (d) 400W

表 4.7 AS41 合金平均晶粒度及其对应的晶粒度级别

Table 4.7 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	347.2	203	127	249.4
晶粒等级 G	-0.2	1.4	2.7	0.8

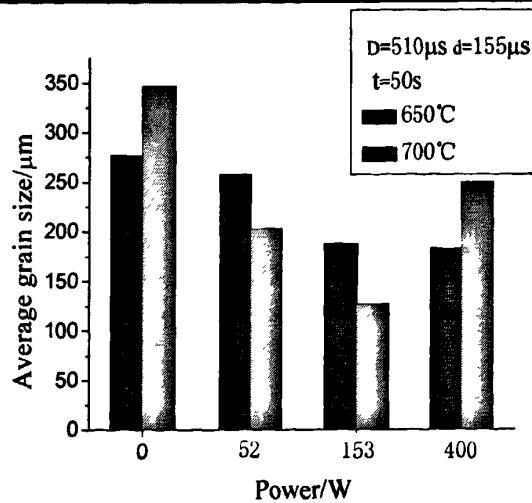


图4.16 脉冲超声功率对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.16 Effect of pulse ultrasonic power on the grain size of AS41 alloy

可以看出,两组图片中未做超声处理时合金组织晶粒都非常粗大,尤其是晶粒大小极不均匀;超声孕育温度为650℃时,组织晶粒度随脉冲超声功率的增大呈不断下降的趋势,但变化趋势的幅度有很大差异,由图4.14可以发现,脉冲超声功率为52W时,其晶粒度下降幅度并不是很明显,随着功率增大到152W时晶粒度才有了较大幅度的变化,晶粒度等级相应的由原来的0.5上升至1.6;当功率进一步增大时组织晶粒度减小幅度非常微小;与之形成鲜明对比的是当超声孕育温度为700℃时,晶粒度随着脉冲超声功率的变化呈先下降后上升的趋势,而且变化幅度十分明显;超声功率为152W时的晶粒细化效果较好,晶粒度和粒度等级分别由原来347.2μm和-0.2变化到了127μm和2.7。

#### 4.1.2.2 脉冲超声功率对AS41凝固组织中的Mg<sub>2</sub>Si相析出形态的影响

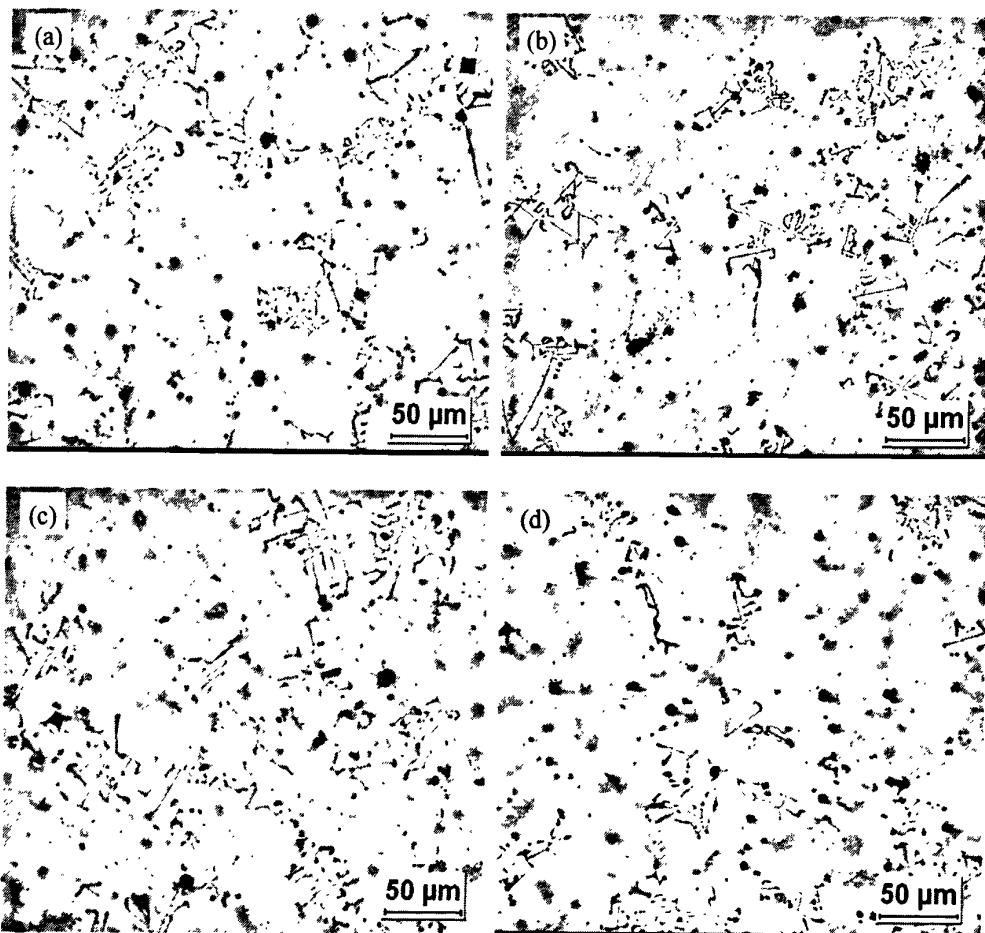


图4.17 脉冲超声功率对AS41合金组织中Mg<sub>2</sub>Si相的影响

Fig.4.17 Effect of pulse ultrasonic power on Mg<sub>2</sub>Si in AS41 alloy (T=650℃, t=50s, d=155μs, D=510μs)  
 (a) without ultrasonic; (b) 52W; (c) 153W; (d) 400W

图4.17显示的是AS41合金经不同功率脉冲超声处理后的金相显微组织图。从图中可以看出,合金中均存在汉字状Mg<sub>2</sub>Si相,基体上也都分布有黑色点状化合物。对比无

超声处理时 AS41 合金的铸态组织, 当熔体温度为 650℃时施加 54W 功率超声处理 50s 后, 合金组织如图 4.17(b)所示, 汉字状  $Mg_2Si$  相比较发达, 分枝粗大, 但未发现片状的初晶硅; 脉冲超声功率增加至 150W 时, 见图 4.17(c), 汉字状  $Mg_2Si$  相形貌变化依然不是很明显; 当功率增加为 381W 时, 见图 4.17(d), 汉字状  $Mg_2Si$  相局部出现了分离、断裂, 但  $Mg_2Si$  分枝细化并不十分明显。可见, 在上述脉冲超声条件下超声孕育处理对  $Mg_2Si$  相的细化效果并不理想。

当超声孕育温度提高 50℃, 即熔体温度为 700℃时, 见图 4.18, 对比无超声处理时的组织可以看出, 脉冲超声处理后组织中的  $Mg_2Si$  相的形貌与尺寸变化非常显著。超声功率为 50W 时,  $Mg_2Si$  相的形貌由粗大的汉字状转变为细小的线条状或是细小的颗粒状; 随着超声功率的增大,  $Mg_2Si$  分枝不断熔断、分离, 颗粒状的  $Mg_2Si$  逐渐增多。

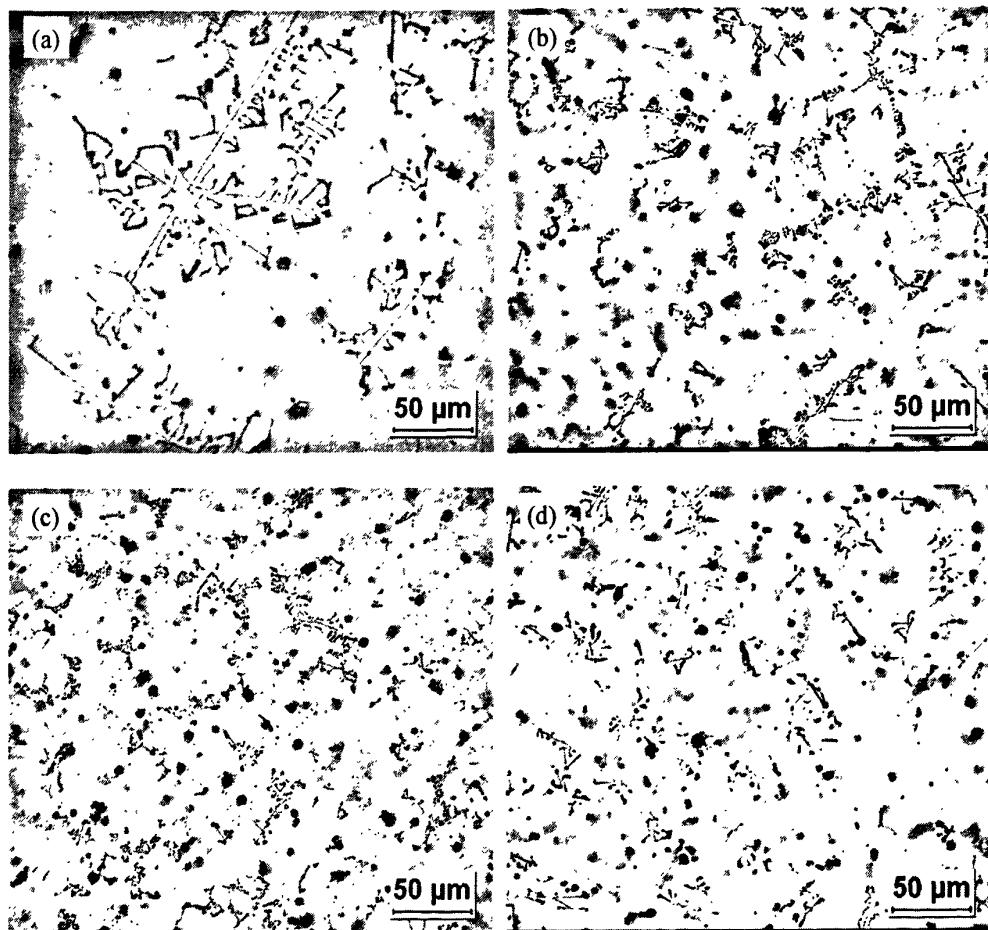


图 4.18 脉冲超声功率对 AS41 合金组织中  $Mg_2Si$  相的影响

Fig.4.18 Optical micrographs of AS41 showing the effect of power of pulse ultrasonic on the microstructure of  $Mg_2Si$

(a) without ultrasonic; (b) 52W; (c) 153W; (d) 400W

$T=700^{\circ}\text{C}$   $t=50\text{s}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=510\mu\text{s}$

上述分析可见, 在本实验功率范围内, 随着超声功率的增加, 合金中汉字状相组织

及其分枝变得更加细小，进而转变为细小的颗粒状。尤其是在较大的超声功率和较高的熔体处理温度下  $Mg_2Si$  的细化效果较好；对比图 4.17 和 4.18 还可以发现，在其他超声孕育条件相同的情况下，仅仅是超声孕育温度提高了  $50^{\circ}C$ ， $Mg_2Si$  相的细化效果便有了很大程度的改善，可见提高超声孕育温度对  $Mg_2Si$  相的细化还是很有效的。

## 4.2 脉冲超声孕育处理时间对合金凝固组织的影响

### 4.2.1 脉冲超声孕育处理时间对 AZ80 镁合金凝固组织的影响

为考察镁合金熔体脉冲超声孕育处理时间对凝固组织的影响规律，本节研究了 AZ80 镁合金熔体在  $650^{\circ}C$  下超声处理不同时间时凝固组织的变化情况。超声孕育处理时间分别为 30s，50s 和 80s，然后把熔体随同坩埚直接水冷，观察其水淬组织的变化。

#### 4.2.1.1 脉冲超声孕育处理时间对 AZ80 显微组织的影响

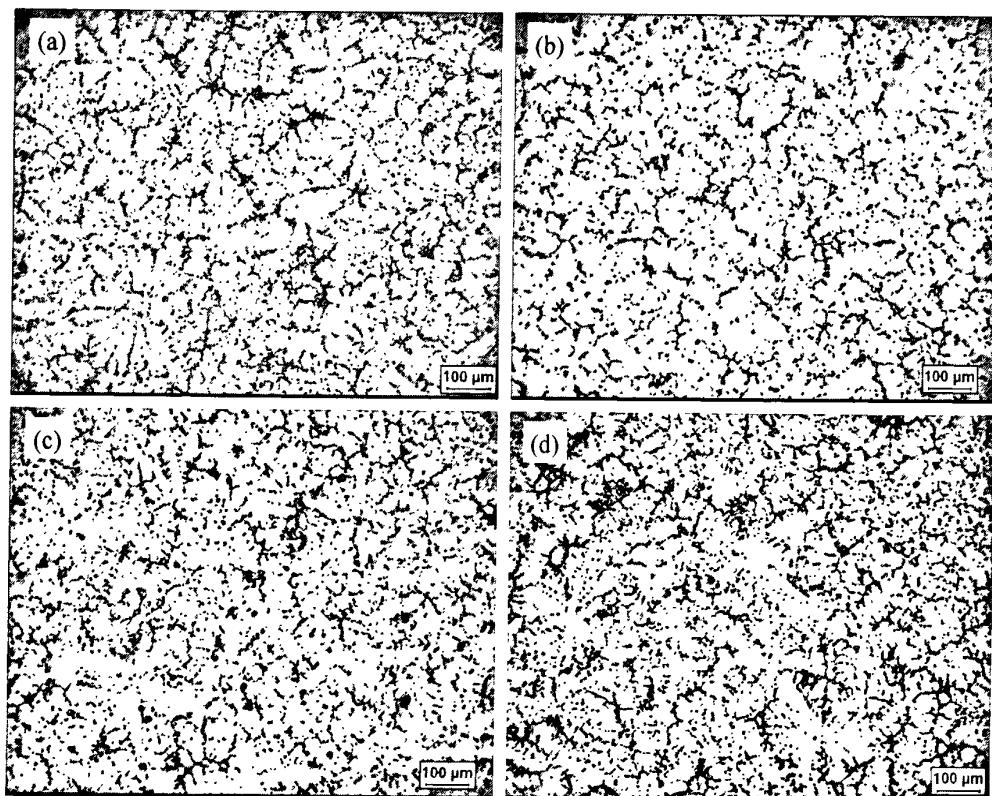


图 4.19 脉冲超声孕育处理时间对 AZ80 合金显微组织的影响

Fig.4.19 The effect of treating time of pulse ultrasonic field on the AZ80 microstructure

(a) without ultrasonic; (b) 30s; (c) 50s; (d) 80s

$T=650^{\circ}C$   $P=129W$   $d=210\mu s$   $D=500\mu s$

图 4.19 是超声强度为  $112W/cm^2$ 、周期为  $500\mu s$ 、脉宽为  $210\mu s$  的脉冲超声条件下 AZ80 合金熔体在不同超声孕育时间后的铸态组织图。图 4.19(a)是未作超声处理时 AZ80

的铸态组织图,可以看出,粗大的放射状枝晶呈花瓣状,较大枝晶平均直径达到 $250\mu\text{m}$ 以上;超声处理30s时,见图4.19(b),组织显著细化,放射状枝晶几乎全部消失,局部蔷薇晶细小圆整;随着超声处理时间的延长,见图4.19(c)、4.19(d)组织中有放射状枝晶出现,枝晶主干较为发达,且在较大边缘处出现了碎小的枝丫,但在粗大的放射状枝晶间夹杂着细小圆整的蔷薇晶组织。

#### 4.2.1.2 脉冲超声孕育处理时间对AZ80晶粒尺度的影响

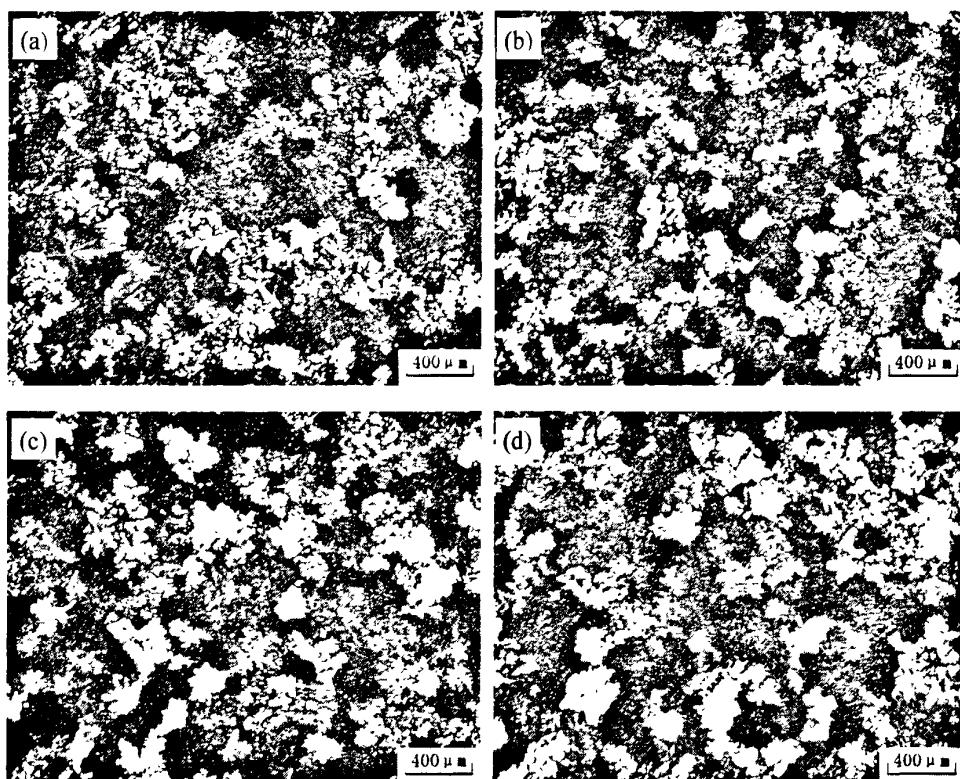


图4.20 脉冲超声孕育处理时间对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.4.20 Effect of treating time of pulse ultrasonic field on the grain size of AZ80 alloy ( $T=650^\circ\text{C}$ )

$P=129\text{W}$   $d=210\mu\text{s}$   $D=500\mu\text{s}$ )

(a) without ultrasonic; (b) 30s; (c) 50s; (d) 80s

表4.8 AZ80合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.8 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	158.8	180	210.5
晶粒度等级 G	1.0	2.1	1.7	1.3

AZ80合金熔体超声孕育不同时间后的偏振光显微图片如图4.20所示。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表4.8,平均晶粒度随超声孕育时间的变化趋势如图4.21所示。

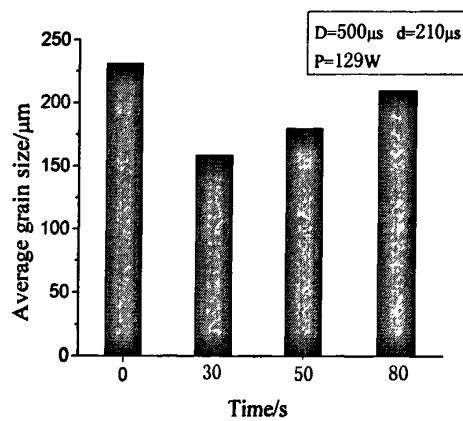


图4.21 脉冲超声孕育处理时间对AZ80合金晶粒度变化的影响

Fig.4.21 Effect of treating time of pulse ultrasonic on the the grain size variations (AZ80 alloy)

结合上述图表可以发现，超声处理 30s 时晶粒度便由未作超声处理时的  $231.5\mu\text{m}$  减小到了  $158.8\mu\text{m}$ ，且组织晶粒度随超声处理时间的延长有先下降后上升的变化趋势，这个变化规律几乎与连续超声处理时间对 AZ80 合金晶粒度的影响规律类似。

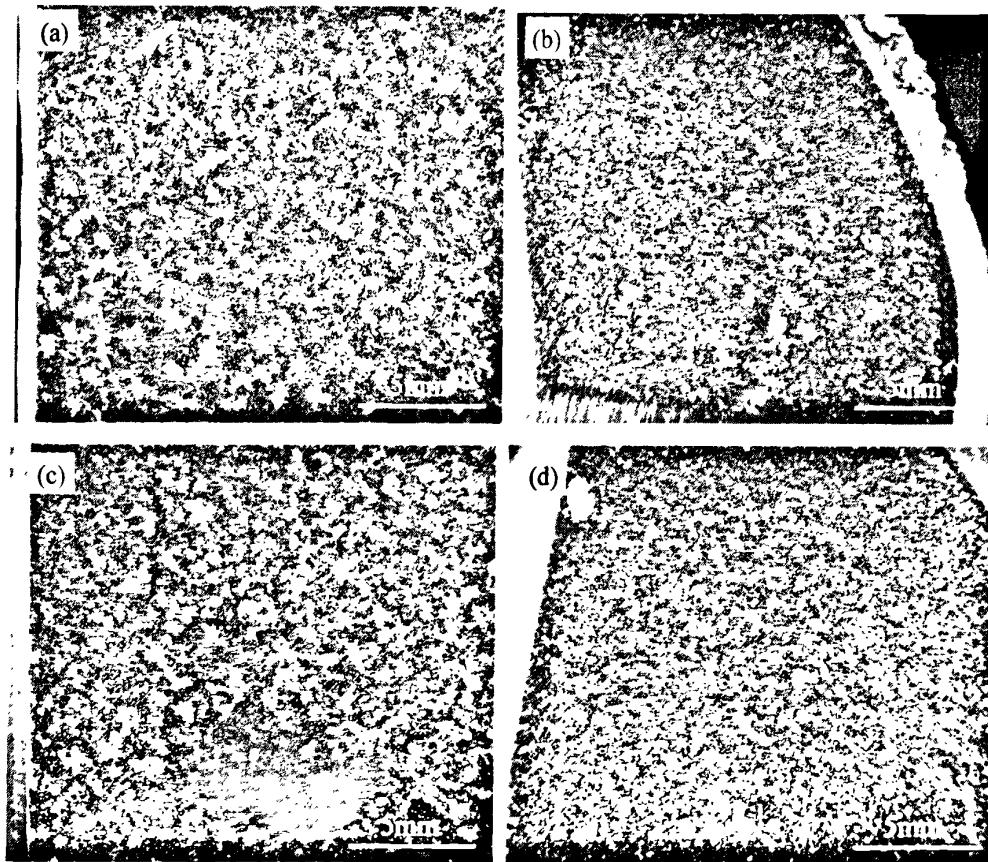


图 4.22 脉冲超声孕育处理时间对 AS41 宏观组织的影响

Fig.4.22 Effect of treating time of pulse ultrasonic on the macrostructure of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 20s; (c) 50s; (d) 80s

 $T=700^\circ\text{C}$   $P=430\text{W}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=500\mu\text{s}$

## 4.2.2 脉冲超声处理时间对 AS41 凝固组织的影响

### 4.2.2.1 脉冲超声孕育处理时间对 AS41 晶粒尺度的影响

为考察镁合金熔体脉冲超声处理时超声处理时间对凝固组织的影响规律,本节研究了 AS41 镁合金熔体在 700℃时超声处理不同时间时凝固组织的变化情况。超声处理时间分别为 20s, 50s 和 80s, 然后把熔体随同坩埚直接水冷, 观察其水淬组织的变化情况。

图 4.22 为无超声和脉冲超声功率为 430W 时对 AS41 合金熔体分别处理 20s、50s、80s 后的宏观组织照片。经对比可以发现, 未作超声孕育处理的 AS41 合金宏观组织粗大, 超声处理后合金的晶粒细化显著, 尤其是超声孕育处理 20s 时 AS41 合金的宏观组织最为细小。随着脉冲超声处理时间的延长, 其宏观组织有粗化的趋势。

AS41 镁合金熔体超声孕育不同时间后的偏振光显微图片如图 4.23 所示。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.9, 平均晶粒度随超声处理时间的变化趋势如图 4.24 所示。

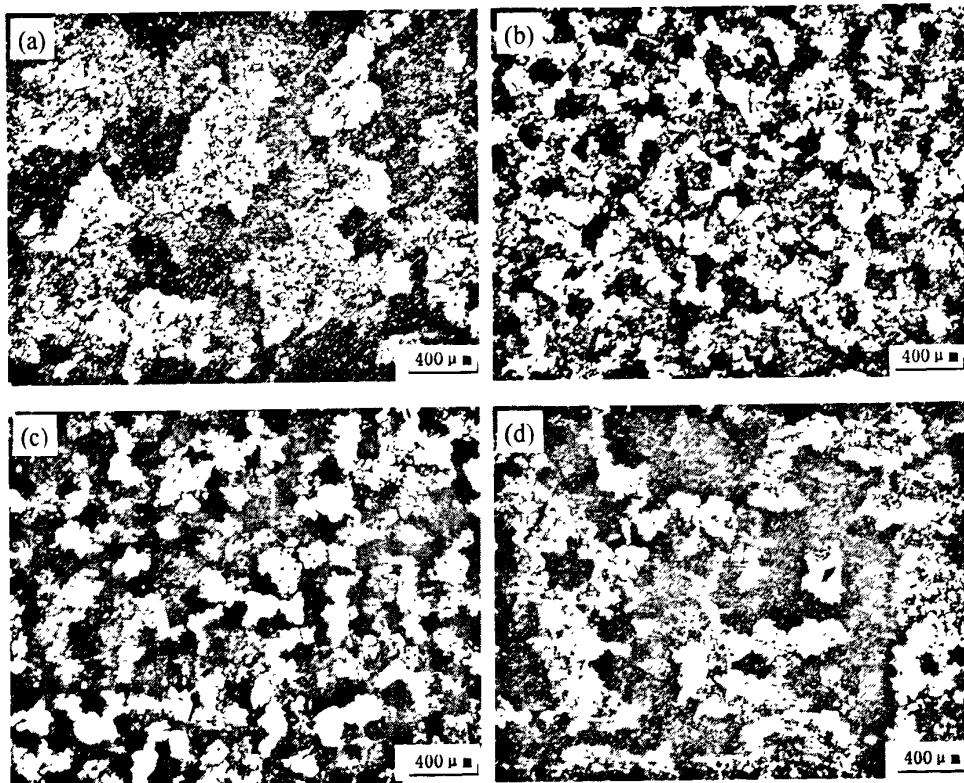


图4.23 脉冲超声孕育处理时间对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.23 Effect of treating time of pulse ultrasonic on the grain size of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 20s; (c) 50s; (d) 80s

$T=700^{\circ}\text{C}$   $P=430\text{W}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=500\mu\text{s}$

表 4.9 AS41 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.9 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	347.2	137	142	240
晶粒等级 G	-0.2	2.5	2.4	0.9

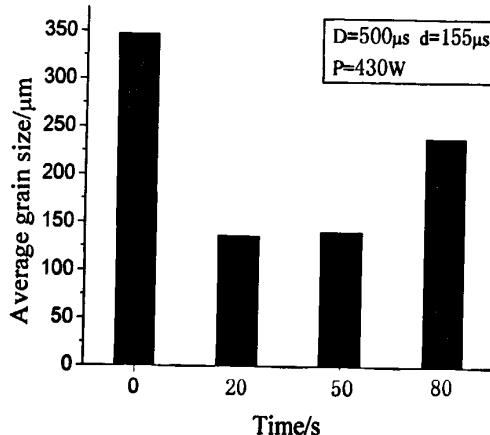


图4.24 脉冲超声孕育处理时间对AS41合金晶粒度变化的影响

Fig.4.24 Effect of treating time of pulse ultrasonic on the the grain size variations (AS41 alloy)

结合上述图表可以发现,超声处理 20s 时,组织晶粒度便由无超声处理时的  $347.2\mu\text{m}$  减小到了  $137\mu\text{m}$ , 晶粒度等级也相应的由-0.2 上升到了 2.5, 晶粒细化效果较好; 超声处理时间延长至 50s 时, 晶粒度有所增大, 但并不十分明显; 随着脉冲超声处理时间的进一步延长, 组织晶粒度有较大幅度的增加, 但仍比无超声处理时小的多。

#### 4.2.2.2 脉冲超声孕育处理时间对 AS41 凝固组织中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相析出形态的影响

图 4.25 显示的是 AS41 合金经不同时间脉冲超声处理后的金相显微组织。从图中可以看出, 无超声处理时的铸态组织中  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相非常发达, 汉字分枝粗大, 共晶硅在树梢处的偏聚现象较为严重; 经不同时间超声孕育处理后, 合金中的汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相均有不同程度的细化。由图 4.25(b)可知, 超声孕育 20s 后汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  组织显著细化, 粗大的树枝基本熔断, 而且树枝边缘处共晶硅偏聚现象明显减轻; 超声孕育 50s 后, 见图 4.25(c), 汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  断裂、分离, 绝大部分  $\text{Mg}_2\text{Si}$  呈小细线条状均匀的弥散在组织中, 有的甚至转化成颗粒状, 组织细化效果较好; 随着超声处理时间的延长, 见图 4.25(d), 汉字状组织变的发达起来, 其分枝也粗大。

上述分析可见, 超声处理时间过长反而会引起汉字状  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相粗化。

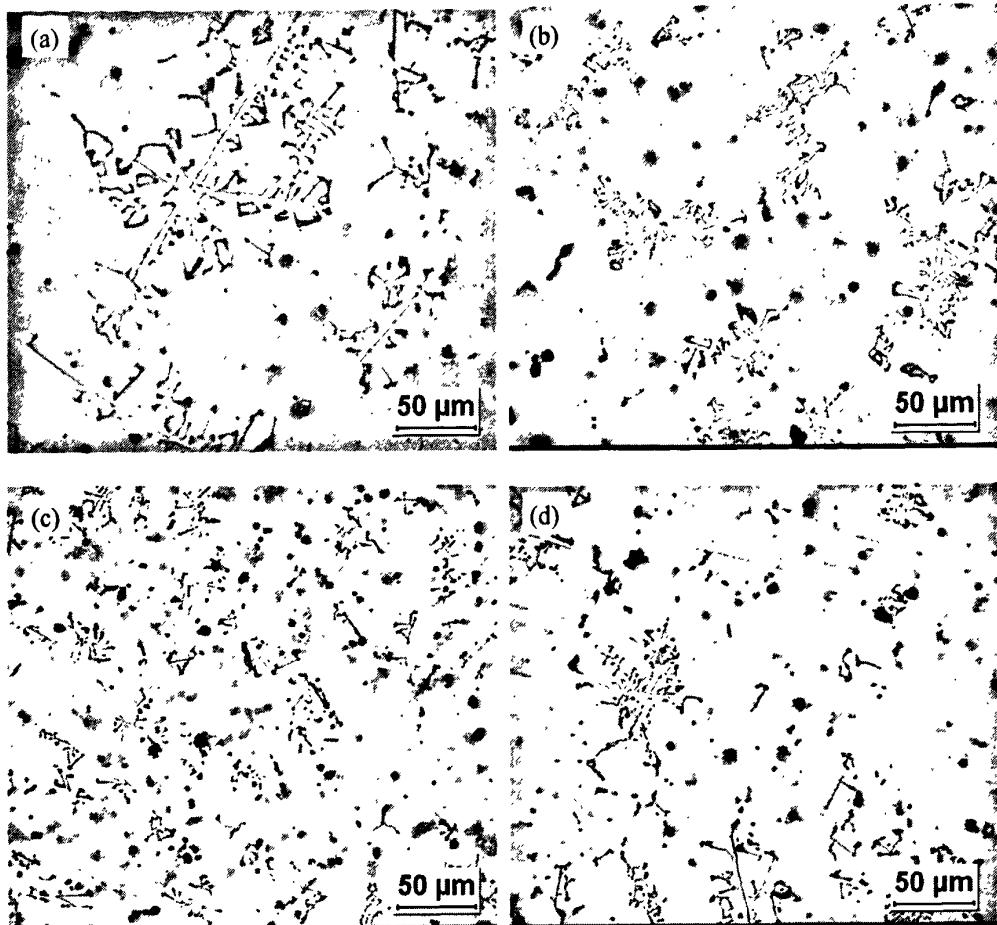


图 4.25 脉冲超声孕育处理时间对 AS41 合金组织中  $Mg_2Si$  相的影响

Fig.4.25 Effect of treating time of pulse ultrasonic on the  $Mg_2Si$  phase of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 20s; (c) 50s; (d) 80s

$T=700^{\circ}\text{C}$   $P=430\text{W}$   $d=155\mu\text{s}$   $D=500\mu\text{s}$

### 4.3 脉宽对合金凝固组织的影响

对脉冲超声来说，脉宽是个非常重要的参数，脉宽的大小决定了每个脉冲周期内脉冲超声对熔体作用时间的长短，因此，脉宽的大小会影响组织的细化效果。为考察镁合金熔体脉冲超声孕育处理时脉宽对凝固组织的影响规律，本节研究了 AZ80、AS41 镁合金熔体经脉冲超声孕育处理一定时间后脉宽对凝固组织的影响。

#### 4.3.1 脉宽对 AZ80 镁合金凝固组织的影响

##### 4.3.1.1 脉宽对 AZ80 显微组织的影响

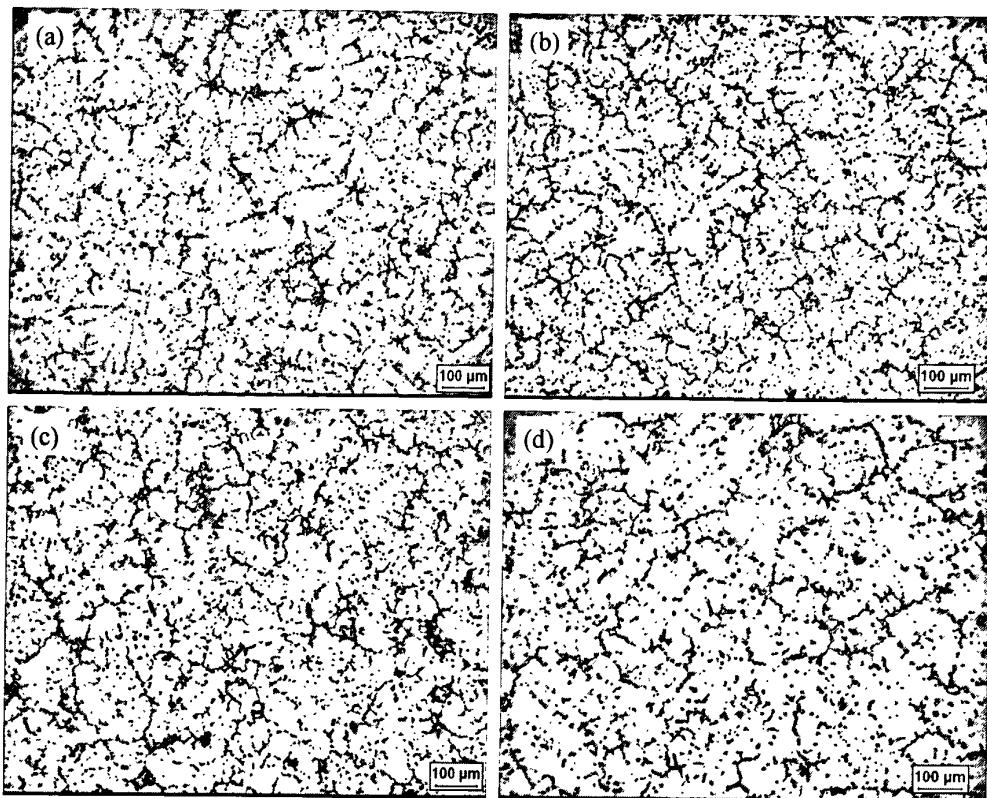


图 4.26 中等功率(149W)脉冲超声孕育处理时脉宽对 AZ80 合金显微组织的影响

Fig.4.26 Effect of pulse width on the microstructure of AZ80 alloy after mid-power (149W) treatment of pulse ultrasonic field

(a) without ultrasonic; (b) 110 $\mu$ s; (c) 155 $\mu$ s; (d) 200 $\mu$ s

T=650°C P=149W t=50s D=500 $\mu$ s

图 4.26 为中等功率(149W)条件下不同脉宽超声孕育处理后 AZ80 镁合金的铸态组织。对比无脉冲超声处理时的合金组织照片可以看到, 脉宽为 110 $\mu$ s 时, 枝晶退化非常明显, 大部分放射状枝晶组织在超声处理后消失, 转变成较为圆整的蔷薇或近蔷薇晶组织, 但该组织并不均匀, 局部存有尺寸较大的近蔷薇状组织; 脉宽增大到 110 $\mu$ s, 组织基本由蔷薇晶组成,  $\alpha$  (Mg) 晶粒均匀, 但尺寸较大; 脉宽继续增大时, 晶粒焊合趋势凸现, 组织演变为大蔷薇晶, 熔断的枝晶臂有再次聚集的趋势。

图 4.27 为低功率(37W)条件下不同脉宽超声孕育处理后 AZ80 镁合金的铸态组织。可以发现, 随着超声脉宽的增大, 花瓣状粗大的放射枝晶逐渐变的圆整细小, 直至消失。

上述两组实验在超声处理功率, 处理时间, 超声孕育温度等方面都有着较大的差别, 但是我们可以发现同样的规律就是随着超声脉宽的增大铸态组织不断优化; 值得注意的是, 图 4.26 所示的超声条件下, 当脉宽继续增大时, 枝晶反而有聚合长大的趋势。

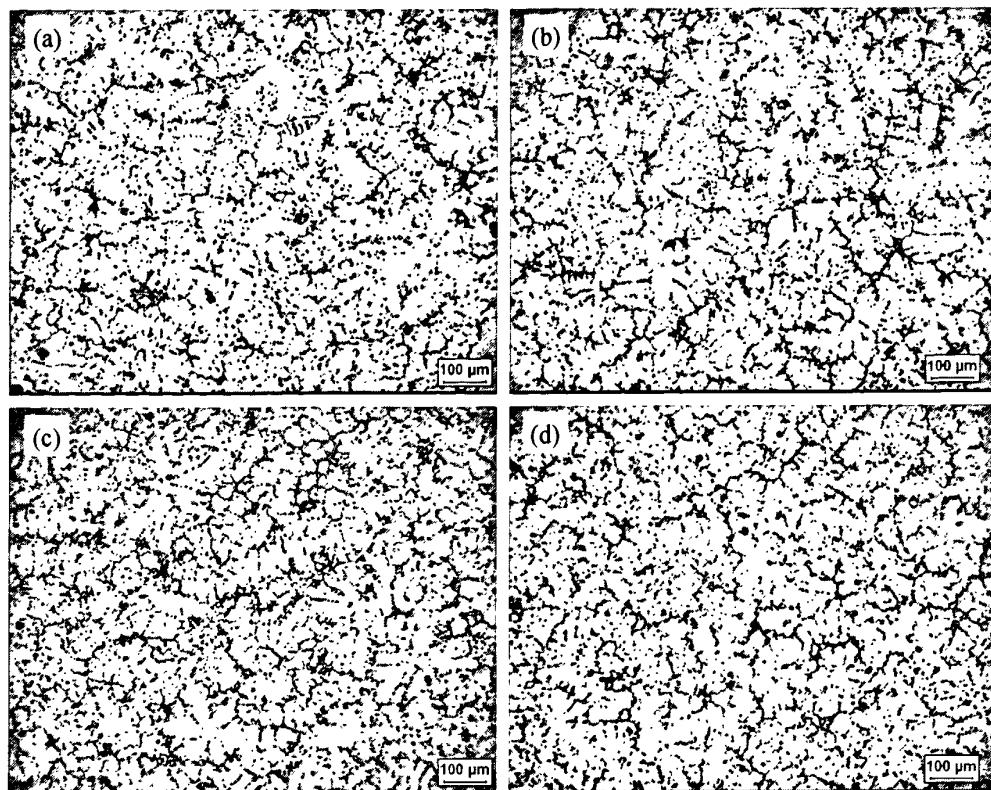


图 4.27 低功率(37W)脉冲超声孕育处理时脉宽对 AZ80 合金显微组织的影响

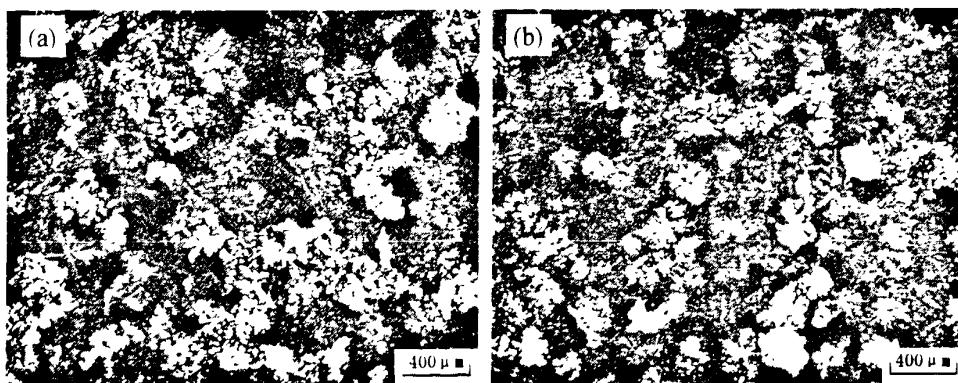
Fig.4.27 Effect of pulse width on the microstructure of AZ80 alloy after low-power (149W) treatment of pulse ultrasonic field

(a) without ultrasonic; (b) 55μs; (c) 100μs; (d) 200μs

$T=690^{\circ}\text{C}$      $P=37\text{W}$      $t=30\text{s}$      $D=500\mu\text{s}$

#### 4.3.1.2 脉宽对 AZ80 晶粒尺度的影响

图 4.28 显示的是 650°C 时 AZ80 合金熔体经不同脉宽超声孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.10，平均晶粒度随脉宽的变化趋势如图 4.29 所示。可以看出，随着脉宽的增大，组织晶粒度不断变小，但变化趋势较缓和。



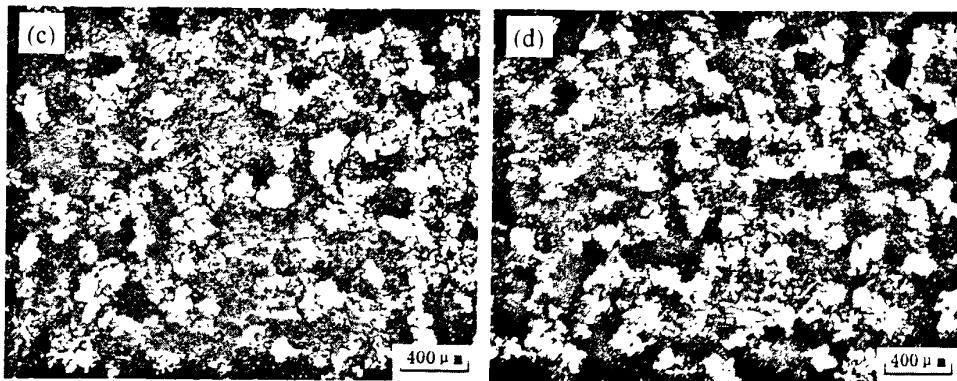


图4.28 中等功率(149W)脉冲超声孕育处理时脉宽对AZ80合金晶粒度的影响  
 Fig.4.28 Effect of pulse width of middle pulse ultrasonic power (149W) on the grain size of AZ80 alloy  
 (a) without ultrasonic; (b) 110μs; (c) 155μs; (d) 200μs  
 $T=650^{\circ}\text{C}$   $P=149\text{W}$   $t=50\text{s}$   $D=500\mu\text{s}$

表 4.10 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.10 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	203	180.6	159.5
晶粒度等级 G	1.0	1.4	1.7	2.1

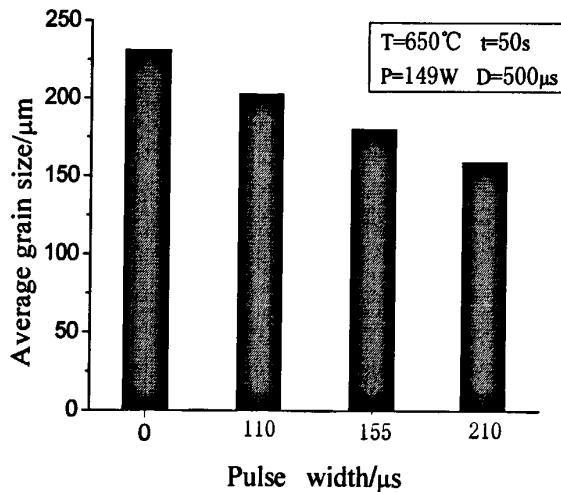


图4.29 脉宽对AZ80合金晶粒度变化的影响  
 Fig.4.29 Effect of pulse width on the the grain size variations (AZ80 alloy)

### 4.3.2 脉宽对 AS41 凝固组织的影响

#### 4.3.2.1 脉宽对 AS41 晶粒尺度的影响

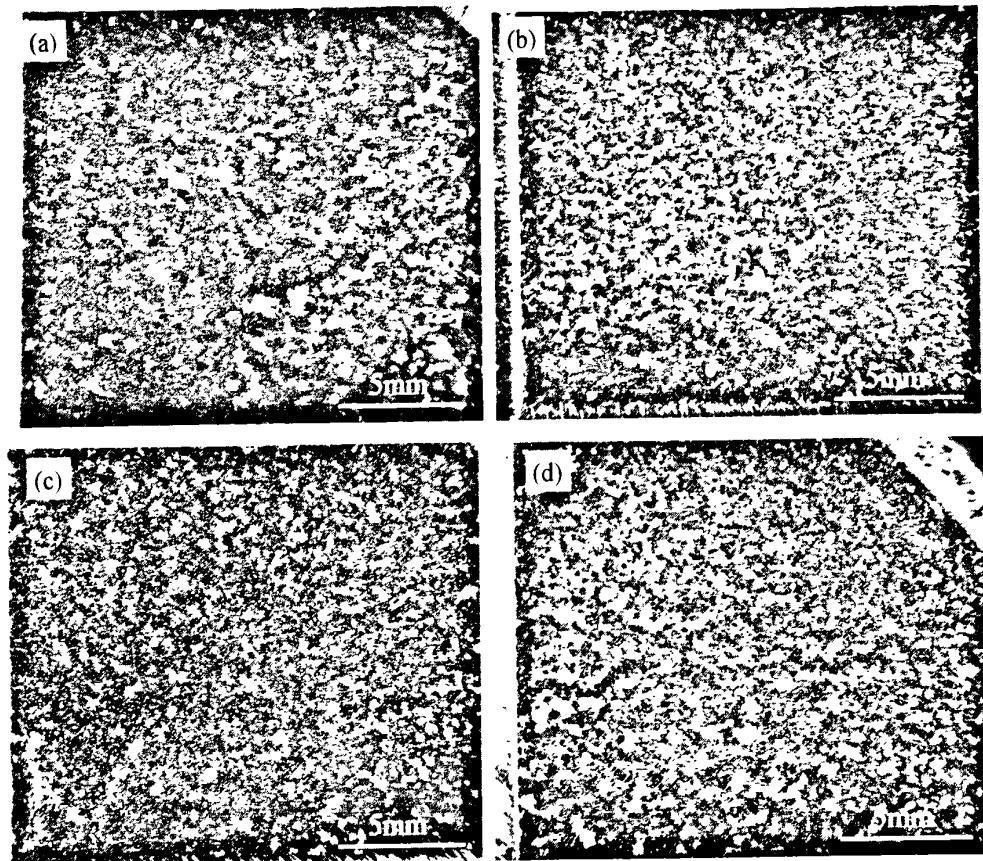


图 4.30 脉冲超声孕育处理时脉宽对 AS41 宏观组织的影响

Fig.4.30 Effect of pulse width of pulse ultrasonic on the macrostructure of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 100 $\mu$ s; (c) 155 $\mu$ s; (d) 210 $\mu$ s

T=650°C P=390W t=50s D=500 $\mu$ s

图 4.30 是未经超声处理的试样的宏观组织。从该图可以看出，未经任何处理而直接冷却的 AS41 铸态组织，晶粒比较粗大。图 4.30(b)、4.30(c)、4.30(d)是经不同脉宽的脉冲超声孕育处理后 AS41 的宏观组织，可以看出，合金熔体经不同脉宽超声孕育处理后，其晶粒均得到明显细化。这说明功率超声对改善凝固组织、细化晶粒具有显著的作用。

从图 4.30 中还可以看出，其它条件一定时，脉冲宽度为 100 $\mu$ s 时 AS41 的晶粒最小，且比较均匀；随着脉宽的增大，晶粒有所粗化。

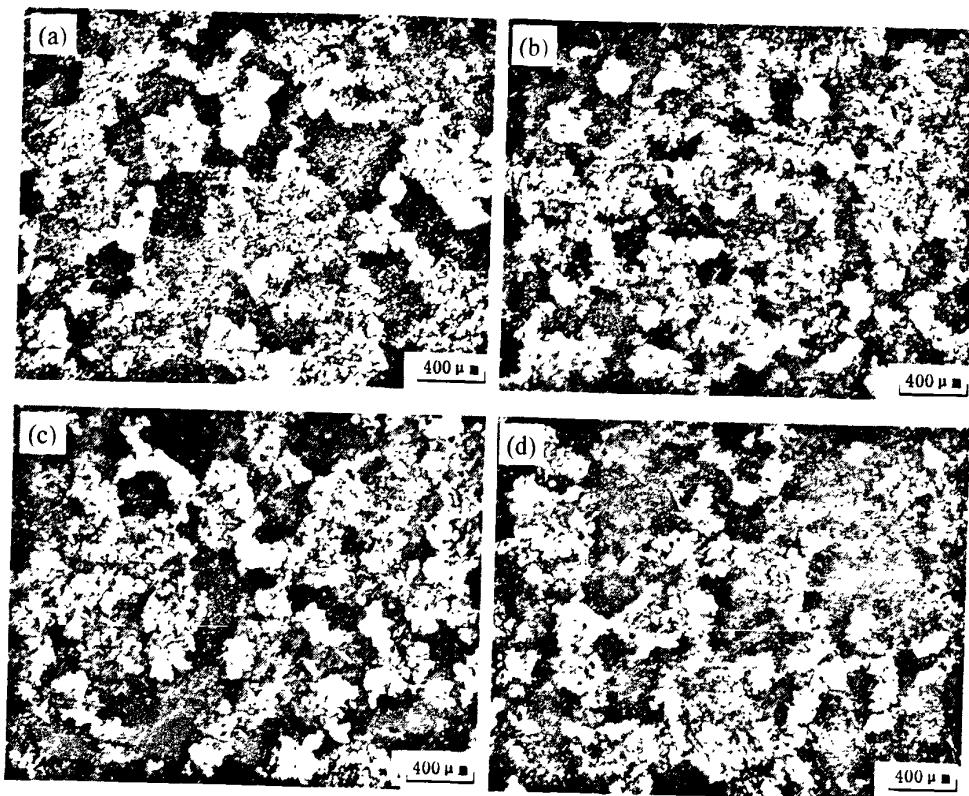


图4.31 脉冲超声孕育处理时脉宽对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.31 Effect of pulse width of pulse ultrasonic field on the grain size of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 100μs; (c) 155μs; (d) 210μs

 $T=650^{\circ}\text{C}$   $P=390\text{W}$   $t=50\text{s}$   $D=500\mu\text{s}$ 

表 4.11. AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.11 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	277.4	208	194	256.5
晶粒度等级 G	0.5	1.3	1.5	0.7

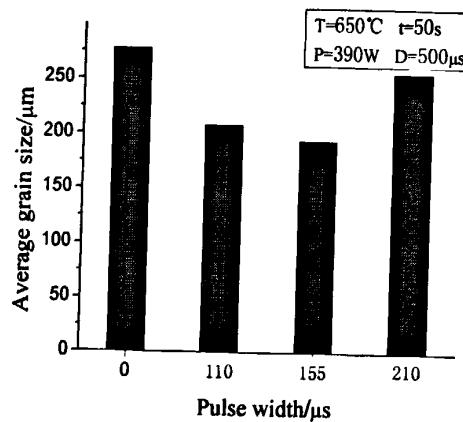


图4.32 脉宽对AS41合金晶粒度变化的影响

Fig.4.32 Effect of pulse width on the the grain size variations (AS41 alloy)

图 4.31 显示的是 650℃时 AS41 合金熔体经不同脉宽超声孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.11，平均晶粒度随脉宽的变化趋势如图 4.32 所示。

可以看出，施加脉冲超声后，晶粒得到的不同程度的细化。随着脉宽的增大，组织晶粒度呈先减小而后增大的变化趋势，这可能是由于在较大超声功率（390W）时，当脉宽增大到一定程度时会产生热效应而导致晶粒度有所增大。

#### 4.3.2.2 脉宽对 AS41 凝固组织中的 $Mg_2Si$ 相析出形态的影响

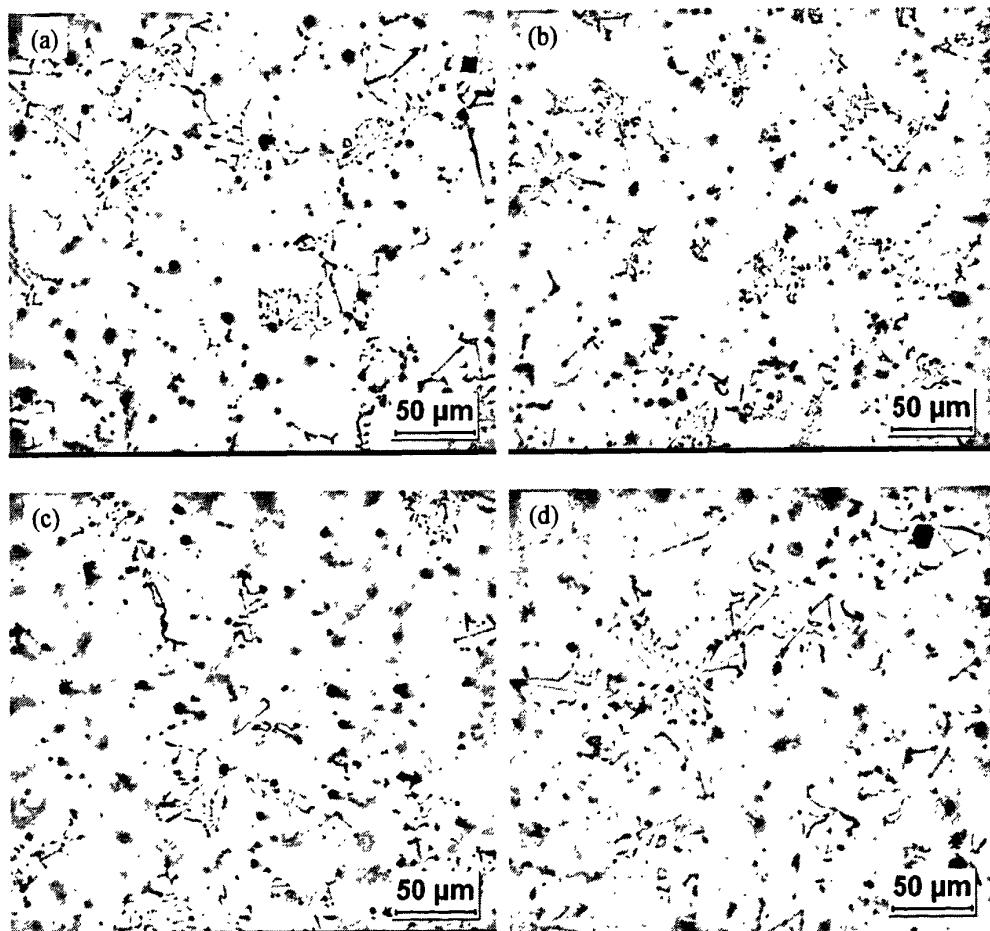


图 4.33 脉冲超声孕育处理时脉宽对 AS41 合金组织中  $Mg_2Si$  相的影响  
Fig.4.33 Effect of pulse width of pulse ultrasonic on the  $Mg_2Si$  phase of AS41 alloy  
(a) without ultrasonic; (b) 100 $\mu$ s; (c) 155 $\mu$ s; (d) 210 $\mu$ s

T=650℃ P=390W t=50s D=500μs

图4.33显示的是AS41合金在不同脉宽条件下超声孕育处理后的金相显微组织图。从图中可以看出可知，施加脉宽为100 $\mu$ s的脉冲超声时，见图4.33(b)，合金中汉字状组织得到了较为明显的细化，大片状的初晶硅消失，原本呈直线形的分枝变的断续、分离，汉字分枝变细，边缘也发生粒状化；随着脉宽的增大，组织中汉字状 $Mg_2Si$ 分枝虽然也

出现了断裂、分离现象，但是分枝变的粗大，尤其是在脉宽为 $210\mu\text{s}$ 时，汉字状 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相粗化严重，而且出现硅的偏聚现象。可见，在此实验条件下，较大脉宽对于 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相细化效果反而不好。

## 4.4 脉冲周期对合金凝固组织的影响

脉冲周期对于脉冲超声来说也是个非常重要的参数。脉冲周期的大小决定了每个脉冲周期内间歇期的长短，也就是每个脉冲周期内熔体无超声作用时间的长短。因此，脉冲周期的大小会影响组织的细化效果。为考察镁合金熔体脉冲超声孕育处理时脉冲周期对凝固组织的影响规律，本节研究了 AZ80、AS41 镁合金熔体经脉冲超声孕育处理一定时间后脉冲周期对凝固组织的影响。

### 4.4.1 脉冲周期对 AZ80、AZ91 镁合金凝固组织的影响

#### 4.4.1.1 脉冲周期对 AZ80、AZ91 显微组织的影响

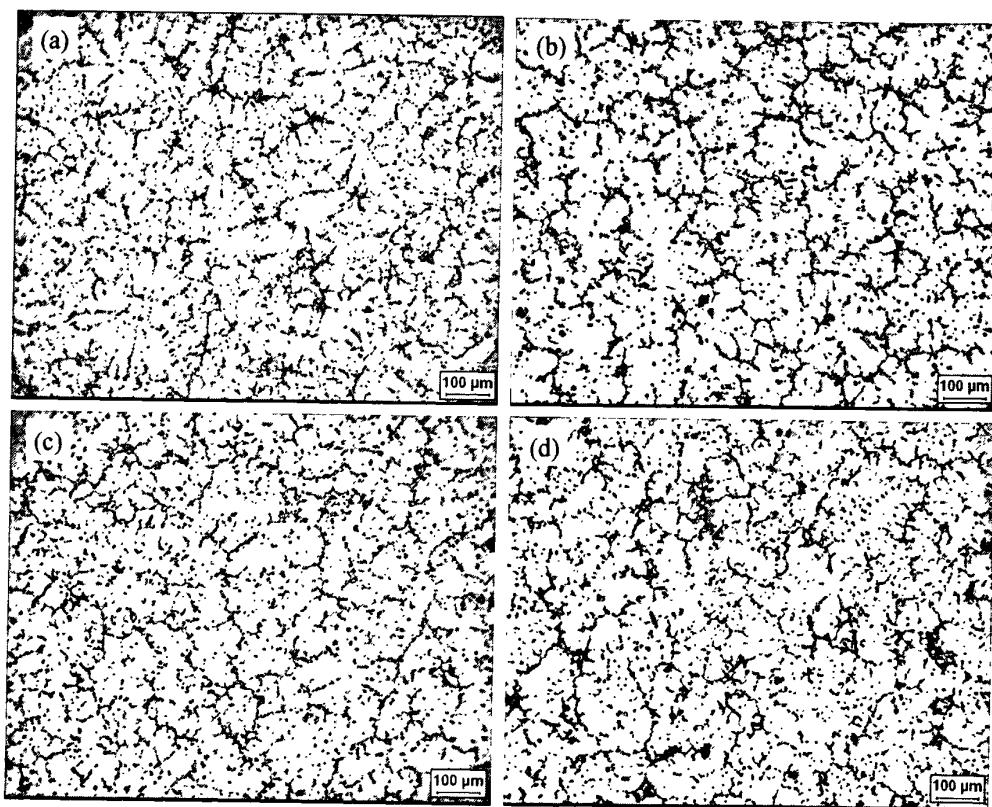


图 4.34 脉冲周期对 AZ80 合金显微组织的影响

Fig.4.34. The effect of pulse period on the microstructure of AZ80 alloy

(a) without ultrasonic; (b)  $190\mu\text{s}$ ; (c)  $420\mu\text{s}$ ; (d)  $510\mu\text{s}$

$T=650^\circ\text{C}$     $P=177\text{W}$     $t=50\text{s}$     $d=155\mu\text{s}$

图 4.34 是经不同脉冲周期超声孕育处理后 AZ80 合金的凝固组织图。对比无超声处

理时的铸态组织，经过脉冲超声处理后，枝晶退化和晶粒细化非常明显。脉冲周期为190 $\mu\text{s}$ 时，枝晶主干与枝丫熔断现象非常明显，合金组织大部分由较圆整的蔷薇晶构成，局部尚存少量放射状枝晶，而且蔷薇晶平均尺寸约在150 $\mu\text{m}$ 以下；脉冲超声周期增加到420 $\mu\text{s}$ 时，粗大的放射状枝晶全部消失，而且蔷薇晶的尺寸进一步减小，组织分布更均匀；随着脉冲周期的增大，蔷薇状组织边缘出现细小的枝丫， $\alpha(\text{Mg})$ 晶粒尺寸开始变大。

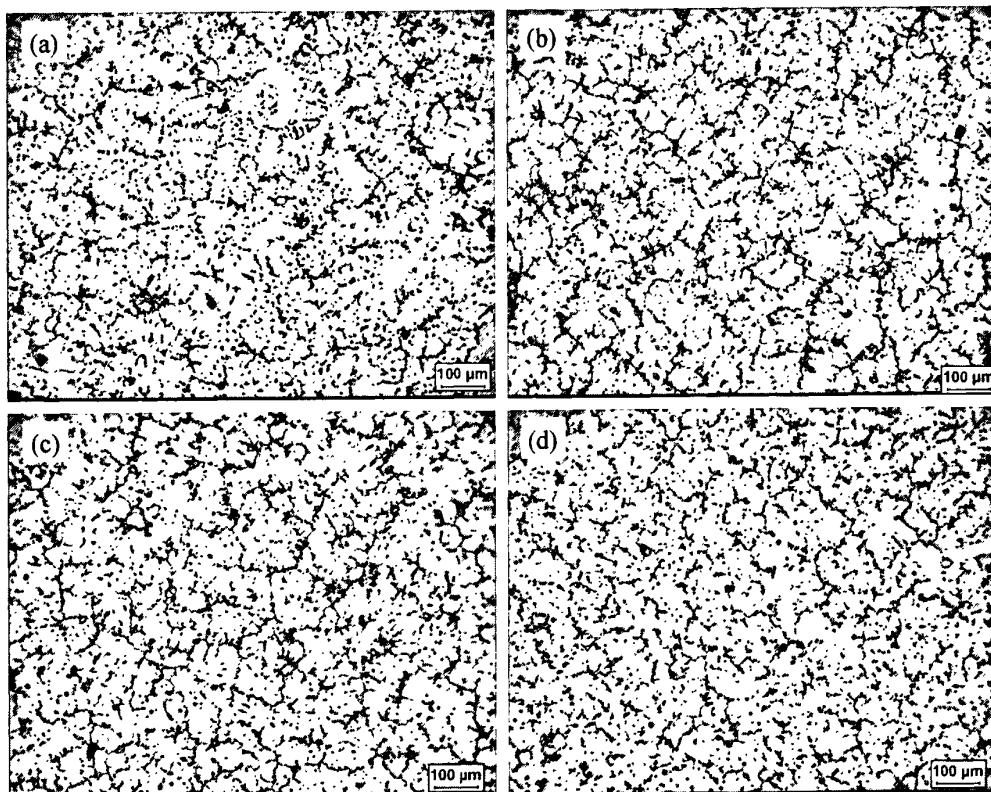


图 4.35 脉冲周期对 AZ91 合金显微组织的影响

Fig.4.35 The effect of pulse period on the microstructure of AZ91 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 200 $\mu\text{s}$ ; (c) 370 $\mu\text{s}$ ; (d) 500 $\mu\text{s}$

$T=675^\circ\text{C}$     $P=350\text{W}$     $t=30\text{s}$     $d=80\mu\text{s}$

图 4.35 是脉冲超声功率为 350W (超声强度为 112W/cm<sup>2</sup>)、脉宽为 80 $\mu\text{s}$ 、超声处理时间 30s 时 AZ91 合金熔体经不同周期脉冲超声孕育处理后的铸态组织图。通过对比可以发现，经过脉冲超声处理后的合金铸态组织细化相当明显，放射状枝晶全部消失， $\alpha(\text{Mg})$  晶粒呈条状或近球状，平均尺寸约在 100 $\mu\text{m}$  以下，而且组织均匀；在本实验条件下，脉冲超声周期从 200 $\mu\text{s}$  变化到 370 $\mu\text{s}$  再到 500 $\mu\text{s}$  的过程中，合金的铸态组织有逐步细化的趋势，但不是很明显。

#### 4.4.1.2 脉冲周期对 AZ80、AZ91 晶粒尺寸的影响

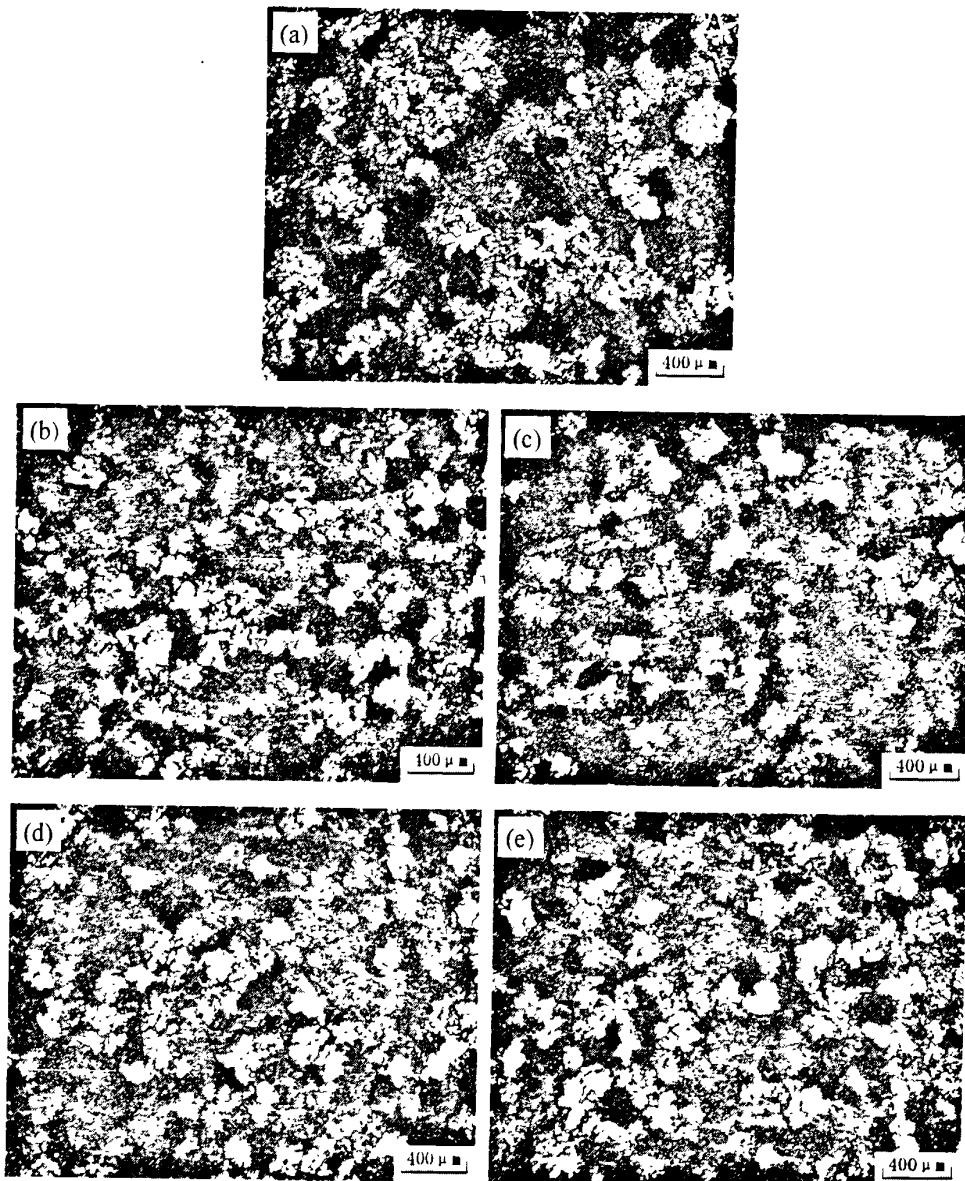


图4.36 脉冲周期对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.4.36 The effect of pulse period on the the grain size of AZ80 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 190μs; (c) 330μs; (d) 420μs; (e) 500μs

$T=650^{\circ}\text{C}$   $P=177\text{W}$   $t=50\text{s}$   $d=155\mu\text{s}$

表 4.12 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.12 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d	e
晶粒度/ $\mu\text{m}$	231.5	154.4	187.5	183.7	183.7
晶粒度等级 G	1.0	2.3	1.6	1.6	1.6

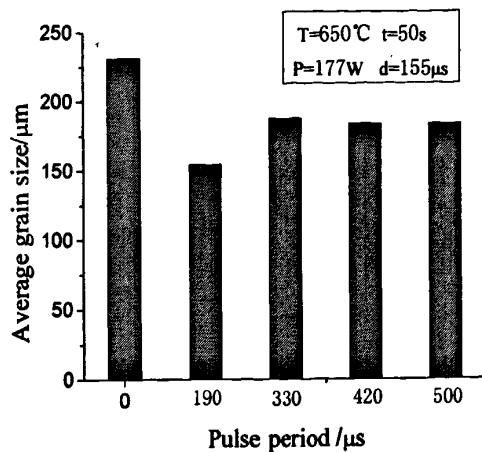


图4.37 脉冲周期对AZ80合金晶粒度变化的影响

Fig.4.37 Effect of period of pulse on the the grain size variations (AZ80 alloy)

图 4.36 和图 4.38 分别显示的是 AZ80 与 AZ91 合金熔体经不同脉冲周期的超声孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.12 和表 4.13，平均晶粒度随脉宽的变化趋势如图 4.37 图 4.39 所示。

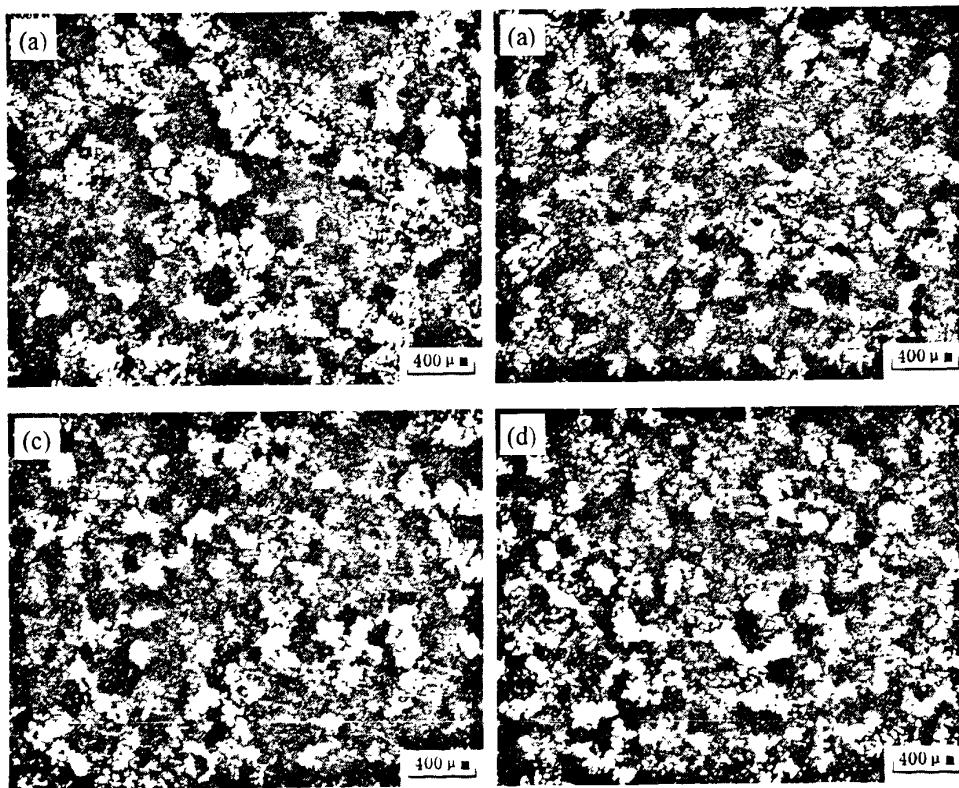


图4.38 脉冲周期对AZ91合金晶粒度的影响

Fig.4.38 The effect of pulse period on the the grain size of AZ91 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 200 $\mu$ s; (c) 370 $\mu$ s; (d) 500 $\mu$ s $T=675^{\circ}\text{C}$     $P=350\text{W}$     $t=30\text{s}$     $d=80\mu\text{s}$

表 4.13 AZ91 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别  
Table 4.13 Average grain size and its corresponding grade of AZ91 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	206.1	143	154.5	152
晶粒度等级 G	1.3	2.4	2.1	2.2

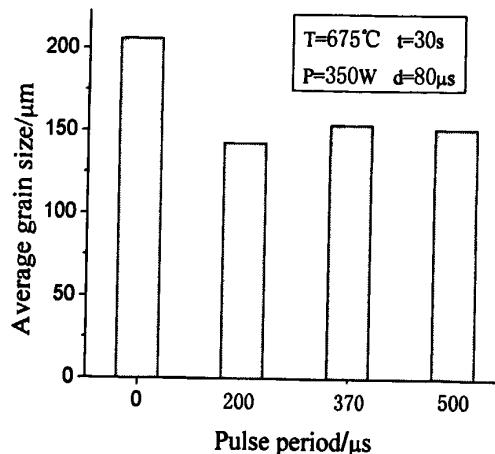


图4.39 脉冲周期对AZ91合金晶粒度变化的影响  
Fig.4.39 Effect of pulse period on the the grain size variations (AZ91 alloy)

可以发现，脉冲周期对 AZ80 与 AZ91 合金组织晶粒度的影响规律相似，即随着脉冲周期的增大晶粒度有先减小后增大的变化趋势。作者认为，脉冲超声周期能够影响组织晶粒的细化程度，但并不像熔体孕育温度、超声处理功率、超声处理时间这些条件对其影响敏感。

#### 4.4.2 脉冲周期对 AS41 凝固组织的影响

##### 4.4.2.1 脉冲周期对 AS41 晶粒尺度的影响

为考察镁合金熔体脉冲超声处理时脉冲周期对凝固组织的影响规律，本节研究了 AS41 镁合金熔体在 700℃下分别施加不同脉冲周期的脉冲超声时凝固组织的变化情况。脉冲周期分别为  $190\mu\text{s}$ 、 $430\mu\text{s}$  和  $510\mu\text{s}$ ，然后把熔体随同坩埚直接水冷，观察其水淬组织的变化情况。

图 4.40 分别是未作超声处理和经不同周期的脉冲超声孕育处理后 AS41 的宏观组织。由图可以看出，超声处理后，AS41 的宏观组织均得到改善，但就脉冲超声孕育处理后的宏观组织对比而言，随着脉冲周期的增大，合金的宏观组织变化不是很明显。

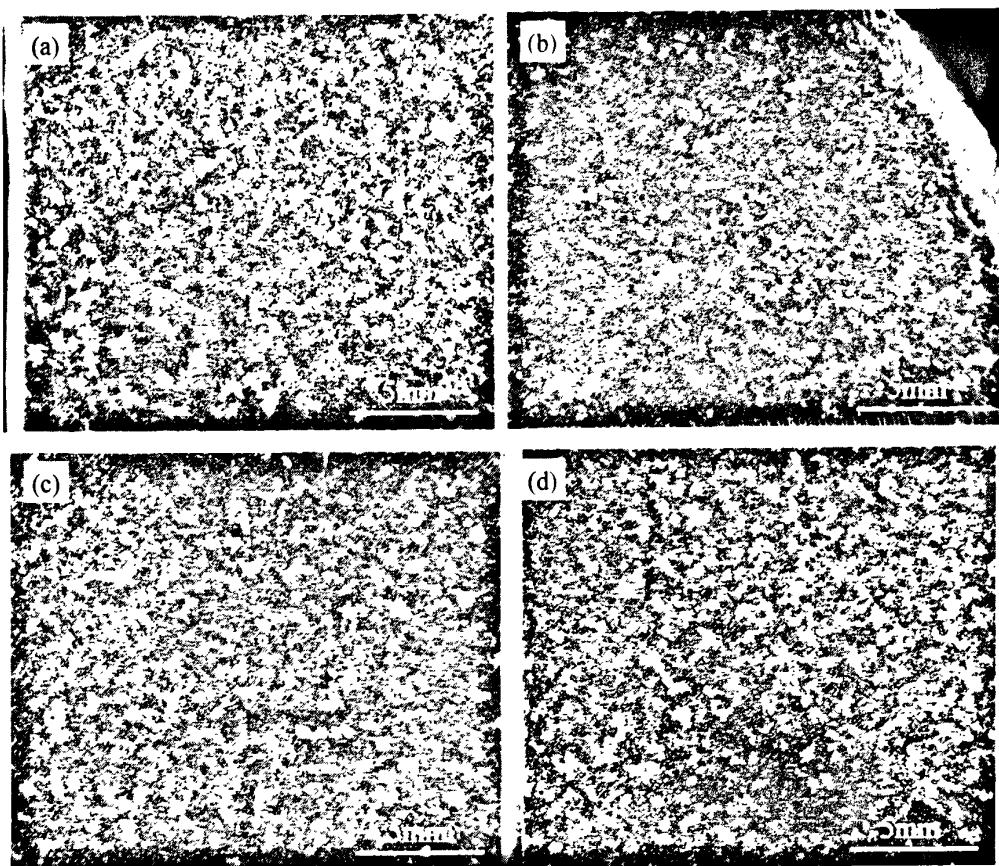


图 4.40 脉冲周期对 AS41 合金宏观组织的影响

Fig. 4.40 The effect of pulse period on the microstructure of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 190 $\mu$ s; (c) 430 $\mu$ s; (d) 510 $\mu$ s $T=700^{\circ}\text{C}$   $P=410\text{W}$   $t=50\text{s}$   $d=160\mu\text{m}$ 

图 4.41 显示的是 AS41 合金熔体经不同脉冲周期超声孕育处理后的偏振光显微图片。平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.14，平均晶粒度随脉宽的变化趋势如图 4.42 所示。

可以看出，脉冲周期为 430 $\mu$ s 时组织晶粒细化效果最好，晶粒度由无超声处理时的 347.2 $\mu\text{m}$  减小到了 183.4 $\mu\text{m}$ ；随着脉冲周期增大到 510 $\mu$ s 时，晶粒度呈大幅度增加的趋势，此时的晶粒度等级与脉冲周期为 190 $\mu$ s 时的晶粒度等级相同。可见，本实验条件下，脉冲周期为 190 $\mu$ s 和 510 $\mu$ s 时对 AS41 合金的组织晶粒细化效果是等效的。

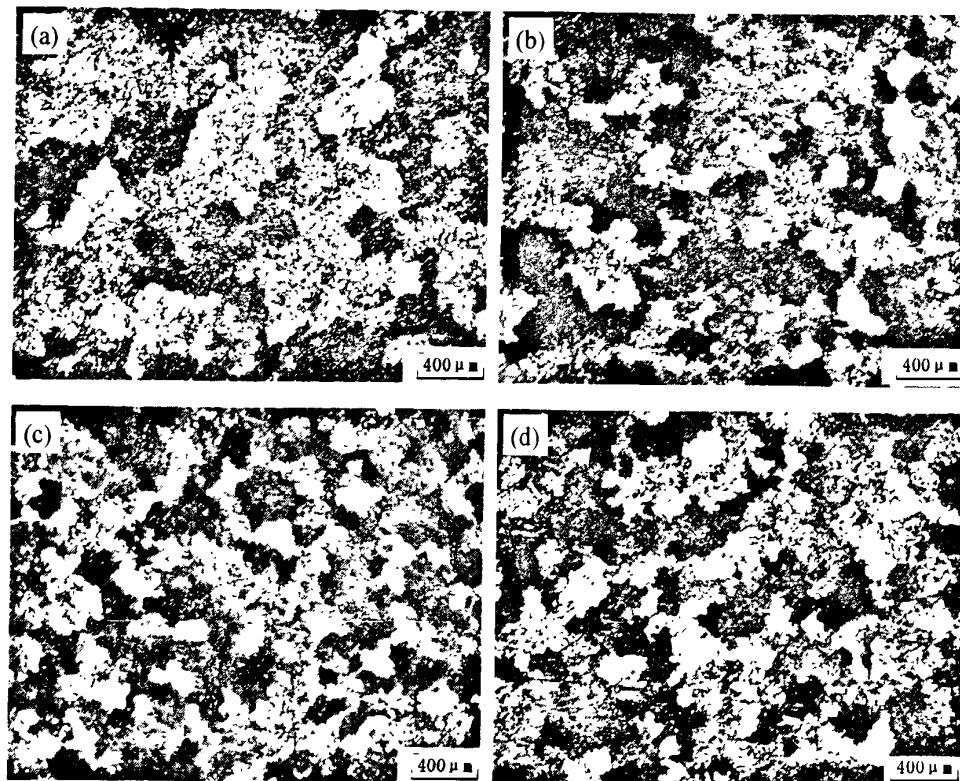


图4.41 脉冲周期对AS41合金晶粒度的影响

Fig.3.41 The effect of pulse period on the the grain size of AS41 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 190μs; (c) 430μs; (d) 510μs

 $T=700^{\circ}\text{C}$   $P=410\text{W}$   $t=50\text{s}$   $d=160\mu\text{s}$ 

表 4.14 AS41 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.14 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu\text{m}$	347.2	249.4	183.4	249.4
晶粒度等级 G	-0.2	0.8	1.7	0.8

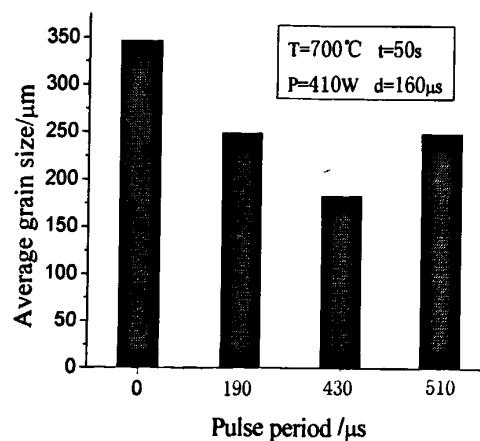


图4.42 脉冲周期对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.42 Effect of period of pulse on the the grain size of AS41 alloy

#### 4.4.2.2 脉冲周期对 AS41 凝固组织中的 Mg<sub>2</sub>Si 相析出形态的影响

图 4.43 为 AS41 合金经不同脉冲周期超声孕育处理后的金相显微组织。对比无超声处理时的组织可以发现，脉冲超声处理后，汉字状 Mg<sub>2</sub>Si 相都有不同程度的细化，随着脉冲周期的增大，超声的细化效果不断增强，尤其是脉冲超声周期为 510μs 时，Mg<sub>2</sub>Si 相几乎全部转变为短的细线条状和细小的颗粒状，可见在此实验条件下，延长脉冲周期有利于 Mg<sub>2</sub>Si 相的细化。

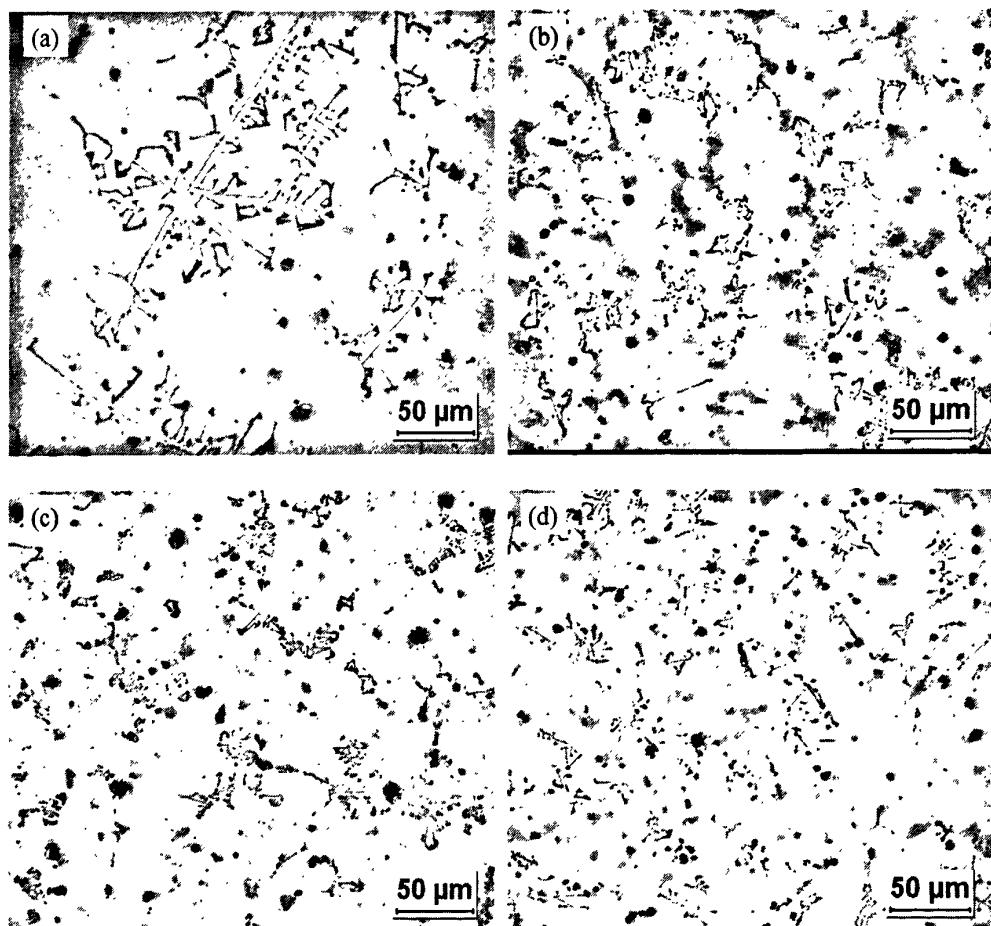


图 4.43 脉冲周期对 AS41 合金组织中 Mg<sub>2</sub>Si 相的影响

Fig.4.43. The effect of pulse period on the Mg<sub>2</sub>Si phase in AS41 alloy ( $T=700^{\circ}\text{C}$ ,  $P=410\text{W}$ ,  $t=50\text{s}$ ,  $d=160\mu\text{s}$ )  
 (a) without ultrasonic; (b) 190μs; (c) 430μs; (d) 510μs

#### 4.5 脉冲超声孕育处理温度对合金凝固组织的影响

##### 4.5.1 脉冲超声孕育处理温度对 AZ80 镁合金凝固组织的影响

###### 4.5.1.1 脉冲超声孕育处理温度对 AZ80 显微组织的影响

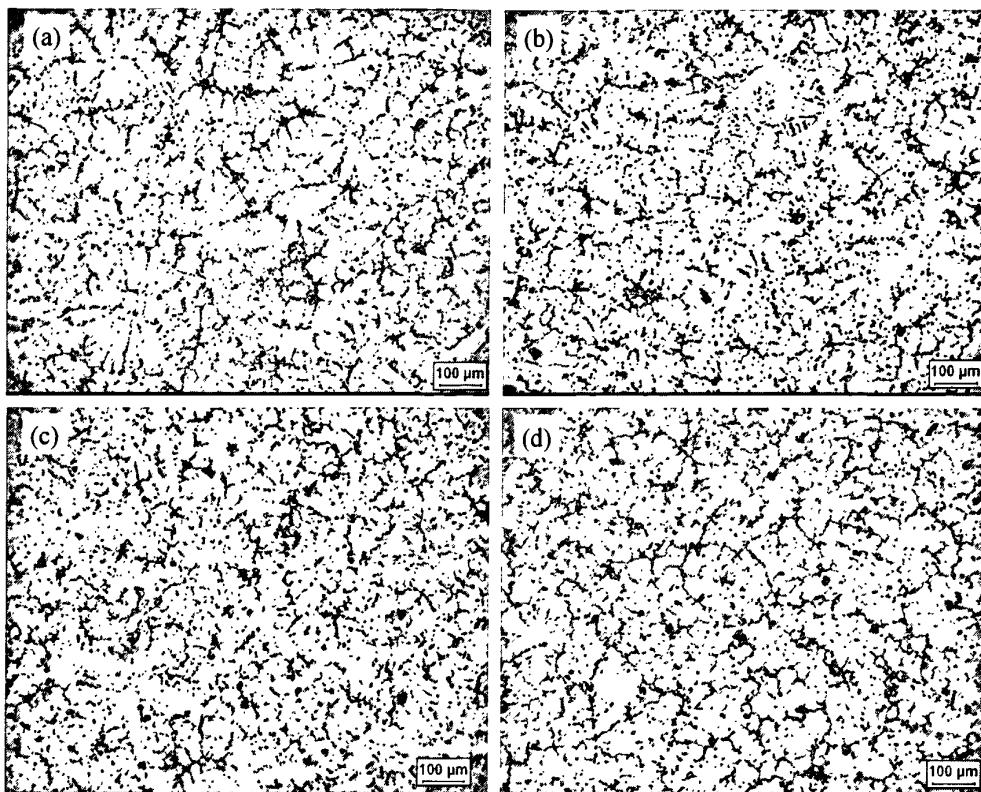


图 4.44 脉冲超声孕育处理温度对 AZ80 合金显微组织的影响

Fig.4.44 The effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the microstructure of AZ80 ( $t=50s$   
 $P=135W \quad d=210\mu s \quad D=510\mu s$ )  
without ultrasonic: (a)  $650^{\circ}C$  (b)  $690^{\circ}C$ ; with ultrasonic: (c)  $650^{\circ}C$  (d)  $690^{\circ}C$

图 4.44 是合金熔体温度分别为  $650^{\circ}C$  和  $690^{\circ}C$  时无超声及脉冲超声处理后 AZ80 镁合金凝固组织图。对比图 4.44 (a) 和图 4.44 (b) 可以看出, 无超声处理时, 熔体温度高, 在相同的冷却条件下其组织也粗大; 结合图 4.44 (c) 与图 4.44 (d) 可以发现, 在相同的脉冲超声处理条件下, 超声孕育温度为  $650^{\circ}C$  时, 组织虽然有所细化, 但并不是十分明显, 局部依然存在粗大的放射状枝晶组织, 且枝晶主干仍很发达; 相对比在  $690^{\circ}C$  时组织细化效果则比较显著, 几乎看不到放射状枝晶,  $\alpha$  (Mg) 晶粒也比较细小。

#### 4.5.1.2 脉冲超声孕育处理温度对 AZ80 晶粒尺度的影响

超声孕育温度对 AZ80 镁合金组织晶粒度的影响规律如图 4.45 偏振光显微图片所示, 平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.15, 平均晶粒度随超声孕育温度的变化趋势如图 4.46 所示。

可以看出, 未做超声处理时合金组织晶粒都非常粗大, 且晶粒大小也很不均匀, 熔体温度为  $690^{\circ}C$  时这种特点较为突出, 其晶粒度和晶粒度等级分别达到了  $242.1\mu m$  和 0.9。脉冲超声处理后, 组织晶粒得到了不同程度的细化, 但在此实验条件下 (脉宽、周期、功率和超声孕育时间如上特定), 超声孕育温度为  $690^{\circ}C$  时的细化效果更显著,

这与连续超声时超声孕育温度对晶粒度的影响规律相似。

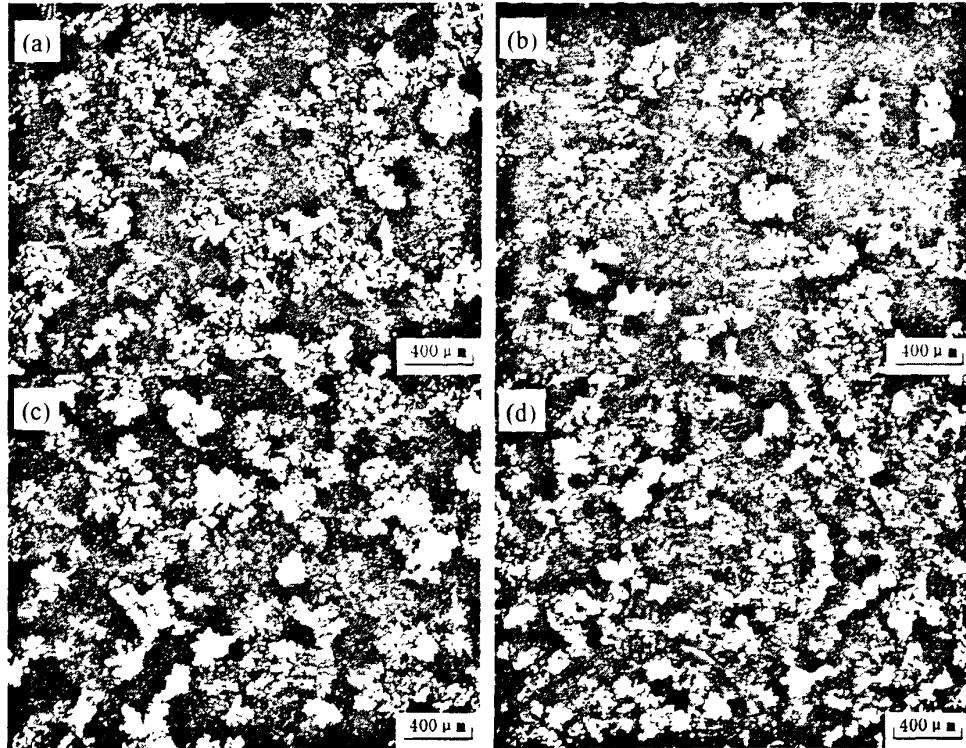


图4.45 脉冲超声孕育处理温度对AZ80合金晶粒度的影响

Fig.4.45 Effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the the grain size of AZ80 alloy ( $t=50s$ ,

$P=135W, d=210\mu s, D=510\mu s$ )

without ultrasonic: (a) 650°C, (b) 690°C; with ultrasonic: (c) 650°C, (d) 690°C

表 4.15 AZ80 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.15 Average grain size and its corresponding grade of AZ80 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu m$	231.5	242.1	192.2	158.8
晶粒度等级 G	1.0	0.9	1.5	2.1

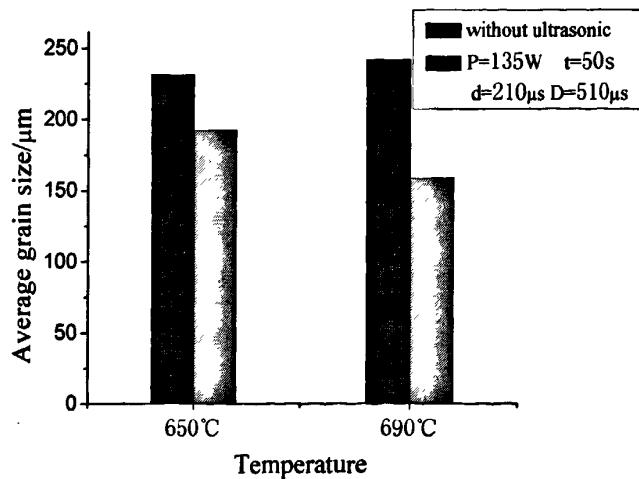


图4.46 脉冲超声孕育处理温度对AZ80合金晶粒度的影响

Fig. 4.46 Effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the the grain size of AZ80

## 4.5.2 脉冲超声孕育处理温度对 AS41 凝固组织的影响

### 4.5.2.1 脉冲超声孕育处理温度对 AS41 晶粒尺度的影响

为考察镁合金熔体脉冲超声处理时熔体处理温度对凝固组织的影响规律,本节研究了 AS41 镁合金熔体在不同处理温度时凝固组织的变化情况。超声孕育温度分别为 650℃ 和 700℃,然后把熔体随同坩埚直接水冷,观察其水淬组织的变化情况。

图 4.47 显示的是 AS41 合金熔体在不同的超声孕育温度时的宏观组织图。从该图可以看出,未经任何处理而直接冷却的 AS41 宏观组织,晶粒比较粗大;超声孕育处理后,合金的宏观组织得到了明显的改善,还可以看出,超声孕育温度为 650℃ 时组织晶粒度较小,见图 4.47(c)。

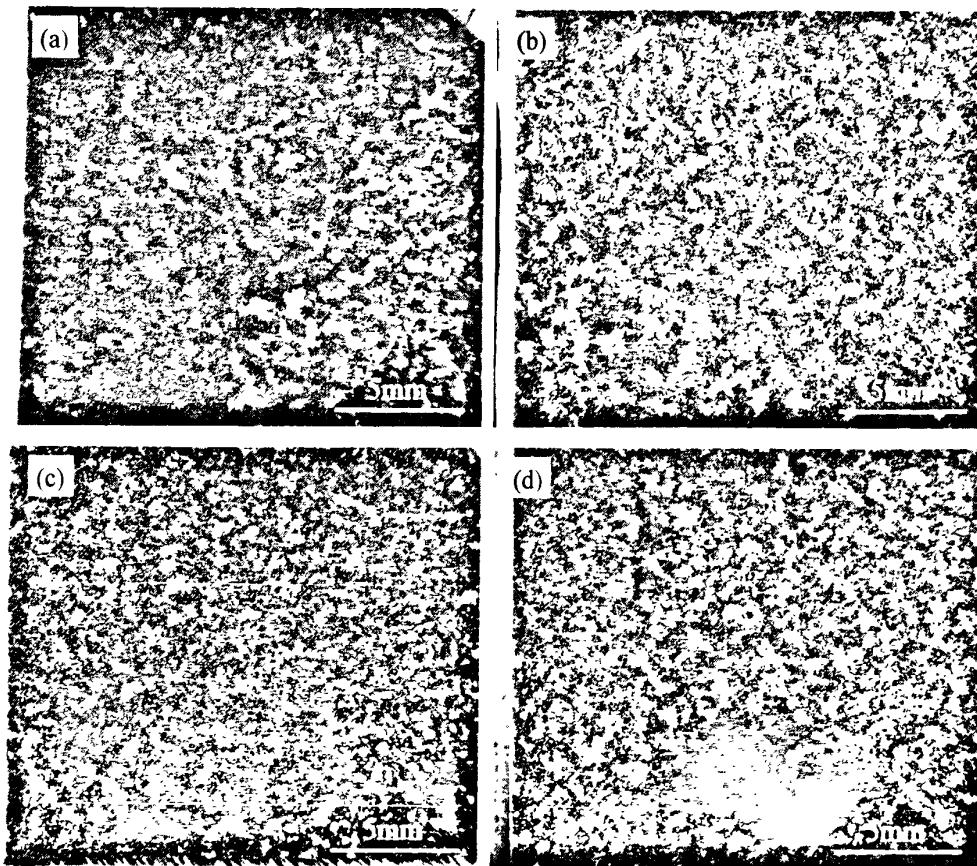


图 4.47 脉冲超声孕育处理温度对 AS41 宏观组织的影响

Fig. 4.47 Effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the macrostructure of AS41 alloy ( $t=50s$ ,  
 $P=390W$ ,  $d=155\mu s$ ,  $D=510\mu s$ )  
without ultrasonic: (a) 650°C (b) 700°C; with ultrasonic: (c) 650°C (d) 700°C

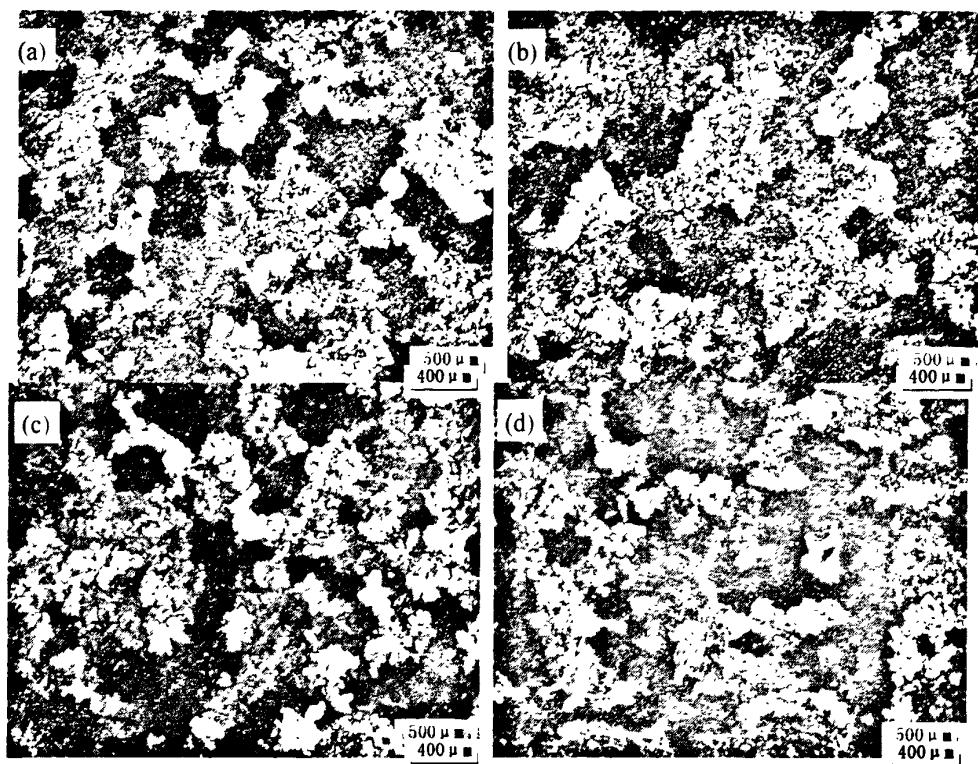


图4.48 脉冲超声孕育处理温度对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.48 Effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the grain size of AS41 alloy ( $t=50s$ ,  $P=390W$ ,  $d=155\mu s$ ,  $D=510\mu s$ )  
without ultrasonic: (a)  $650^{\circ}C$ , (b)  $700^{\circ}C$ ; with ultrasonic: (c)  $650^{\circ}C$ , (d)  $700^{\circ}C$

表 4.15 AS41 合金平均晶粒尺寸及其对应的晶粒度级别

Table 4.16 Average grain size and its corresponding grade of AS41 alloy

	a	b	c	d
晶粒度/ $\mu m$	277	347.2	194	249.4
晶粒度等级 G	0.5	-0.2	1.5	0.8

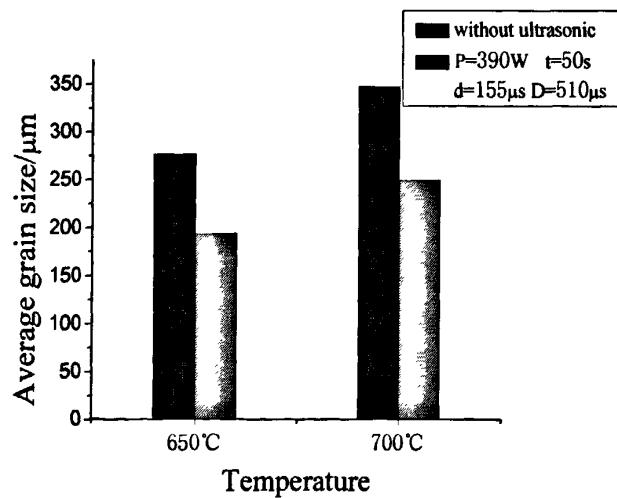


图4.49 脉冲超声孕育处理温度对AS41合金晶粒度的影响

Fig.4.49 Effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the the grain size of AS41

超声孕育温度对 AS41 镁合金组织晶粒度的影响规律如图 4.48 所示，平均晶粒度和晶粒等级的测量结果见表 4.15，平均晶粒度随超声孕育温度的变化趋势如图 4.49 所示。

结合上述图表可以发现，超声孕育温度为 650℃时，组织晶粒度等级由原来的 0.5 上升至 1.5，晶粒度等级增加 1.0；超声孕育温度为 700℃时，组织晶粒度等级有原来的 -0.2 上升至 0.8，晶粒度等级也增加 1.0，可见，在本实验条件下，虽然超声孕育温度不同，但同样的脉冲超声条件对两组实验中的 AS41 镁合金细化程度相当。

#### 4.5.2.2 脉冲超声孕育处理温度对 AS41 凝固组织中的 $Mg_2Si$ 相析出形态的影响

图4.50为AS41合金熔体在不同的超声孕育温度时的凝固组织图。从图中可以看出，超声处理后，粗大的汉字状 $Mg_2Si$ 原本呈直线形的分枝变的断续，但在较高的超声孕育温度下， $Mg_2Si$ 的细化效果更明显，由图4.50(d)可以发现，大部分 $Mg_2Si$ 相呈针状或是颗粒状均匀的弥散在组织中，由此可见，较高的超声孕育温度会促进 $Mg_2Si$ 的溶解。

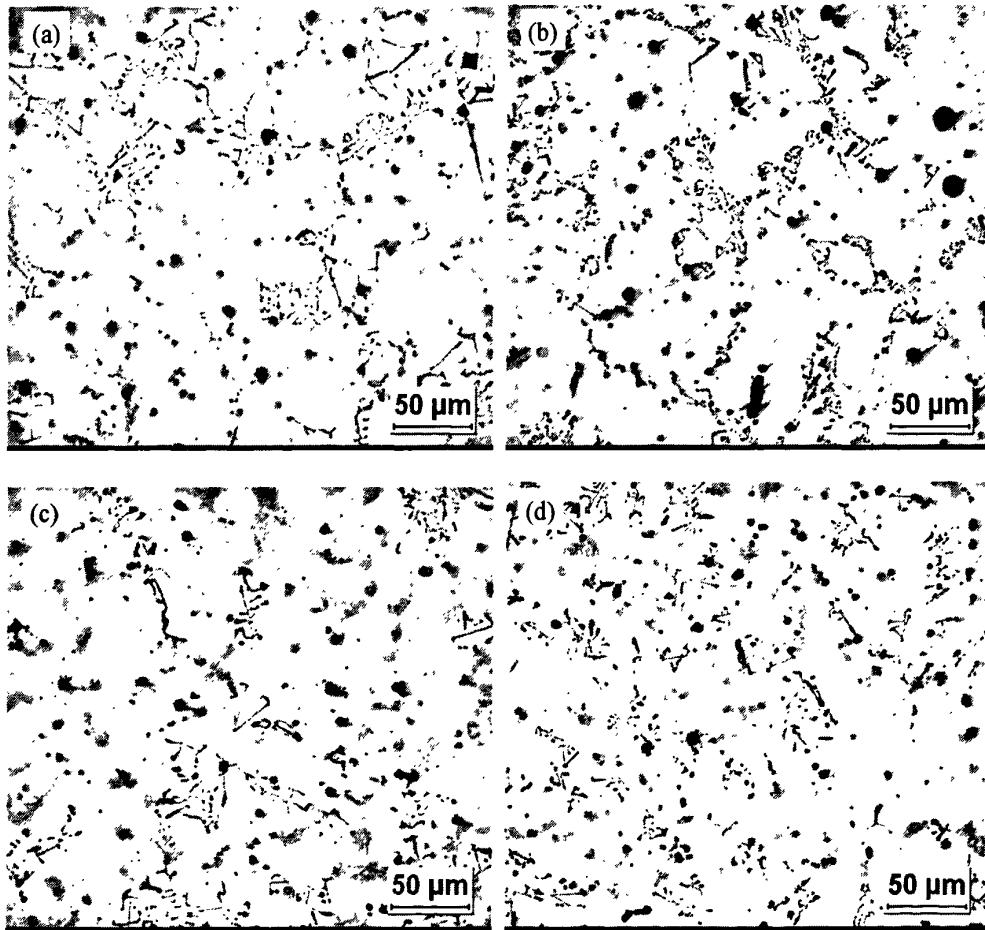


图 4.50 脉冲超声孕育处理温度对 AS41 合金组织中  $Mg_2Si$  相的影响

Fig.4.50 Effect of treating temperature of pulse ultrasonic on the  $Mg_2Si$  phase of AS41 alloy ( $t=50s$ ,

$P=390W$ ,  $d=155\mu s$ ,  $D=510\mu s$ )

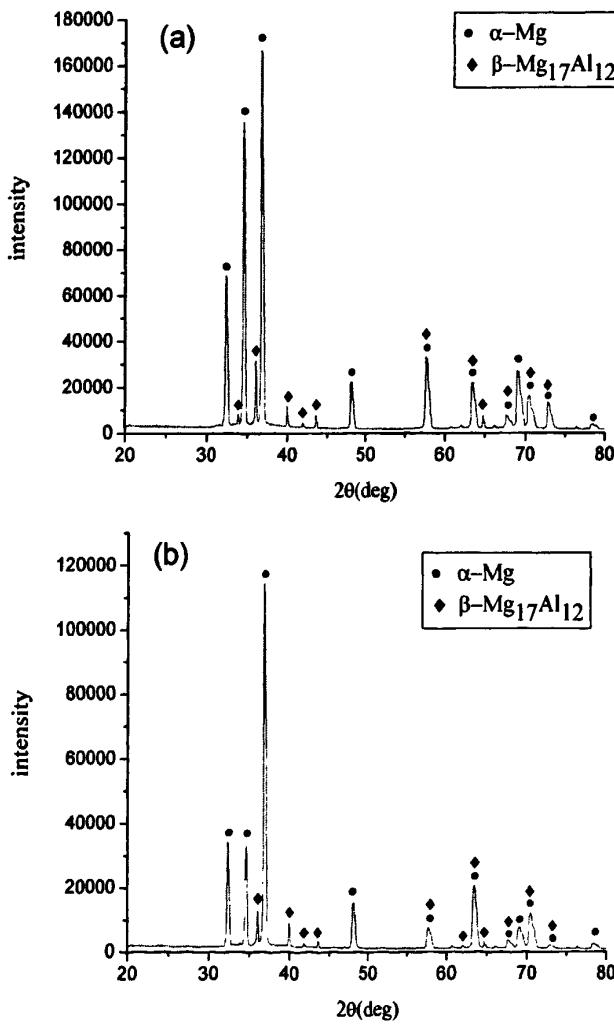
without ultrasonic: (a) 650°C, (b) 700°C; with ultrasonic: (c) 650°C, (d) 700°C

## 4.6 脉冲超声孕育处理对析出相结构的影响

上述研究结果表明, 镁合金熔体的连续超声孕育处理不仅可以显著改变其凝固组织, 实现晶粒的细化与等轴化, 而且对其析出相形态, 如 AZ 系合金中的  $Mg_{17}Al_{12}$  和 AS41 中的  $Mg_2Si$ , 有显著影响。为进一步深入分析超声孕育对析出相的影响, 本节对样品的相组成进行了 XRD 分析, 并超声对析出相的点阵结构的影响进行了研究。

### 4.6.1 脉冲超声处理对 AZ80 合金 X 射线衍射图谱的影响

图 4.51 分别为无超声处理和经不同超声处理时间后 AZ80 镁合金的 X 射线衍射图谱。通过对衍射图谱分析可知, AZ80 镁合金主要有  $\alpha$  (Mg) 和  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$  两相组成, 经过超声处理,  $\alpha$  (Mg) 和  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$  各衍射峰均有不同程度的右移。



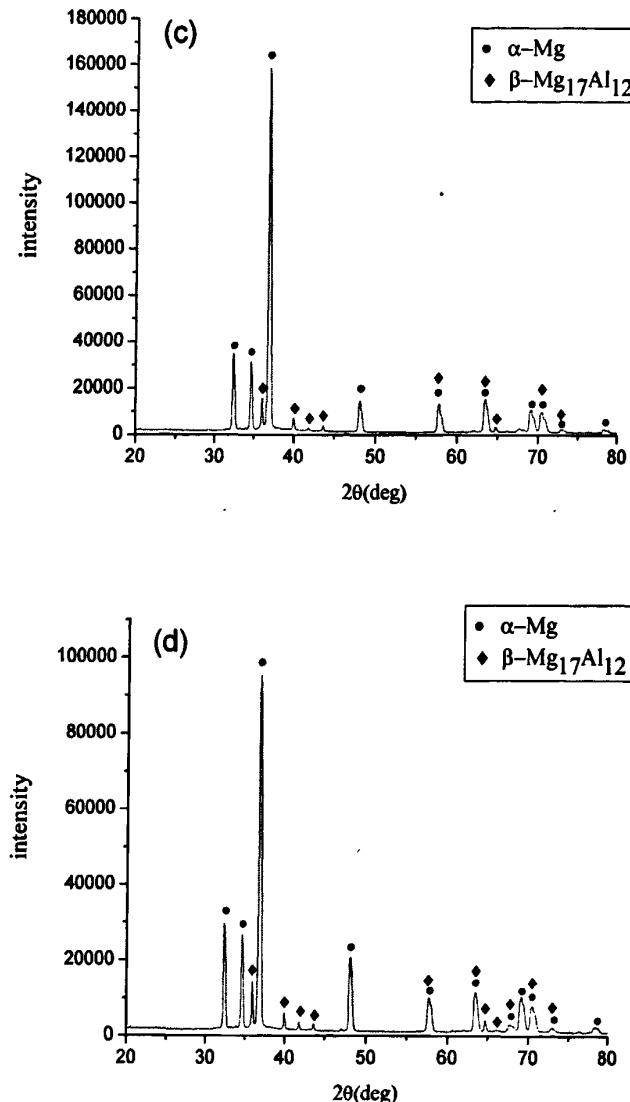


图 4.51 不同脉冲超声功率孕育处理后 AZ80 X-射线衍射图谱

Fig.4.51 XRD diffraction result of the AZ80 alloy with different power of pulse ultrasonic ( $T=690^{\circ}\text{C}$ ,  $t=50\text{s}$ ,  $d=210\mu\text{s}$ ,  $D=510\mu\text{s}$ )

(a) without ultrasonic; (b) 316W; (c) 447W; (d) 788W

由图 4.51 可知, 超声处理 15s 后 AZ80 镁合金中  $\alpha$  (Mg) 的(101)和(100)晶面所对应的峰值强度都增大了, 而在(002)和(103)晶面所对应的峰值强度却减小了; 随着超声处理时间延长,  $\alpha$  (Mg) 在(101)、(002) 和(100) 晶面上的衍射强度逐渐降低。

从图中还可以看出, AZ80 镁合金熔体经过超声处理以后,  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  相在各晶面的衍射峰均有所升高。这表明超声处理后参加衍射的  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  相晶粒分数增大了, 而且超声处理促进了  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  相在(411)、(332)、(721)和(510)面形成择优取向。

#### 4.6.2 脉冲超声处理对 AZ80 合金晶格常数的影响

表 4.16 是用直线最小二乘外推法求得的经不同脉冲超声功率处理后 AZ80 镁合金中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相点阵参数  $a_0$  的精确值。由 X-射线分析软件可知,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶体几何结构为体心立方结构。由表 4.16 可以看出, 经过超声处理后的 AZ80 镁合金,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶格常数  $a_0$  相对于无超声处理的晶格常数都有不同程度的减小, 尤其是脉冲超声功率为 447W 时,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶格常数  $a_0$  由未经超声处理时的 10.57788 nm 减小到 10.54491 nm, 随着脉冲超声功率增大,  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相的晶格常数有所增大, 但仍比无超声处理时小。

表 4.16 最小二乘法求得脉冲超声处理的 AZ80 合金中  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  相点阵参数

Table 4.16 Lattice parameters of  $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$  in AZ80 calculated from least square approximatation

Treating condition	HKL	$\theta/(^\circ)$	$a/\text{nm}$	$\frac{1}{2} \left( \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	$a_0/\text{nm}$
690°C	(411)	36.019	10.5697335	1.0765517	
Without ultrasonic	(332)	40.008	10.5610736	0.8763845	10.57788
	(721)	64.712	10.5762118	0.1816865	
	(510)	43.611	10.5732835	0.7243787	
690°C t=50s	(411)	35.978	10.5713795	1.0788139	
T=510μs	(332)	40.010	10.5603184	0.8762932	10.56282
D=210μs	(721)	64.788	10.5651540	0.1769597	
P=316W	(510)	43.652	10.5638370	0.7227833	
690°C t=50s	(411)	36.075	10.5538702	1.0734693	
T=510μs	(332)	40.141	10.5595549	0.8703293	10.54491
D=210μs	(721)	64.920	10.5460142	0.1784784	
P=447W	(510)	43.699	10.5530305	0.7209579	
690°C t=50s	(411)	35.906	10.6018966	1.0827978	
T=510μs	(332)	39.899	10.5912916	0.8818334	10.57738
D=210μs	(721)	64.670	10.5823346	0.1823384	
P=788W	(510)	43.540	10.5896854	0.7271481	

#### 4.7 分析与讨论

脉冲超声波在液体中传播时液体分子受到周期性交变声场的作用, 产生声空化、声流效应及力学机制, 从而引起熔体中流动场、压力场和温度场的变化。超声在金属凝固过程中产生的声空化作用形成大量的空化气泡, 而且超声功率越大, 声压越大, 熔体中产生的空化气泡也就越多。空化泡在超过一定的阈值的声压下发生崩溃并产生冲击波, 而这一切均是在极短的时间里, 以很高的频率发生的。空化泡在崩溃后变为大大小小的

气泡，其中大的气泡在声空化的作用下将继续崩溃，从而促使空化泡不断产生、崩溃，不断产生冲击波，这样在声空化作用下，已结晶长大的晶粒被急剧的冲击波打碎，抑制了晶粒的长大，使晶粒得到细化；同时超声对流作用将冲刷掉的枝晶臂分散到熔体的各处，促使形核率增加，晶体也得到了均匀弥散；同时超声的声流作用使得整个熔体的温度场变的均匀，改变了熔体的温度梯度，抑制了晶粒的生长<sup>[58, 59]</sup>。

就晶体生长的动力学条件而言，晶体生长速率R可表示为：

$$R = \{1 - \exp[-\Delta h(T_m - T)/(R_g T_m T)]\} \exp[-\Delta G' / R_g T_m]$$

式中， $\Delta h$  为凝固潜热； $T_m$  为凝固界面温度； $\Delta G'$  为晶体生长激活能； $R_g$  为气体常数。晶体生长的激活能  $\Delta G'$  主要包括原子扩散进入晶相需要克服的势垒  $\Delta G_D$ ，即扩散激活能和两相自由能差  $\Delta G$ ，而压力对晶体生长激活能的影响又主要表现为压力对扩散激活能  $\Delta G_D$  的影响。由上式可知，压力抑制了原子的扩散，使原子的扩散激活能增大，也使晶体生长激活能增大。超声场中强大的声空化效应和声流效应在微观和宏观两方面同时提高了熔体的压力水平，降低了晶体生长速率。

但超声波的功率变大时，便会在熔体中产生超声热效应，而且超声功率越大热效应也就越显著。这样必将降低形核率，延长金属的结晶时间，对晶粒细化是不利的，而且结晶时间越长，晶粒就越粗大。由此可见，超声空化和对流作用对组织的细化与超声热效应降低形核率是一对矛盾，超声处理条件促使哪一项成为主要矛盾将直接决定组织的形态，而脉冲超声孕育条件中的大功率、小周期、大脉宽和长的超声孕育时间都是促使其成为主要矛盾的必要条件。

脉冲超声对熔体的作用具有周期性，通俗的说就是间断性。脉冲超声孕育处理过程中脉冲超声对熔体的作用是孕育期与间歇期交替的过程。在脉冲超声的孕育期内，超声波在液体中传导时，所引起的液体内正压(高压)一负压(空化)的周期性变化，将液界面上正在生长的晶粒被破碎成很小的碎晶，这些小的碎晶块在超声对流的作用下，很均匀地被传输分布到熔体的各个部位，有的重熔，有的成为新的晶核，在固-液界面前沿的整个未凝熔体内生长；脉冲超声间歇期内，金属结晶过程变为无外在作用下的纯粹凝固过程，但此时形核核心却由于超声对流作用带来了大量小的碎晶块而大大增加，新的晶核在此形成并长大。当下一脉冲周期来临是，又会产生周而复始的上述过程。脉宽对于熔体的作用则表现为一个脉冲周期内脉冲超声对熔体的作用时间，脉宽越大则一个周期内其对熔体的作用时间也越长。显然，脉冲超声在孕育期对熔体的作用同连续超声是相似的；而在超声间歇期内，它又能够为晶核长大所需要的时间这个过程提供一定的空间，因为晶核长大是需要时间的，而这个时间与脉冲超声的周期和脉宽是息息相关的，

周期越大脉宽越小晶核长大的时间也就越长。

通过前面章节的实验结果对比可以发现，在连续超声处理熔体过程中，超声功率为32W时处理50s时，超声空化和对流的细化效应占据着主导地位，而当功率增加到226W时超声热效应已占据了主导地位，此时的组织开始变粗；但在脉冲超声处理熔体过程中，功率为316W时，超声空化和对流的细化效应仍占据着主导地位，这是由于超声在熔体中的过热效应也表现为一种累积的效应，脉冲超声周期性的存在势必减弱这种累积效应，使得它要产生大的过热效应需要较大的超声功率，当功率大到一定程度时超声带来的热效应占据主导地位时，组织开始变粗。

值得注意的是在本实验中，AZ80合金组织晶粒度随着脉宽的增大不断减小，本人认为这是在超声功率不是特别大的情况下才会出现此现象，因为此时超声热效应处于次要矛盾的地位。可以猜想，如果本组实验是在大功率超声条件下进行的话，那么组织晶粒度可能随着脉宽的增大呈不断上升的趋势，尔后的AS41实验中也部分的证实了这个猜想，当超声强度约为 $60\text{W/cm}^2$ 时，AS41组织晶粒度随脉宽的增大呈现出先下降后上升的变化趋势。

空化效应的产生与超声的作用温度是密切相关的。温度低熔体粘度太大，不利于超声波在熔体中的传导，不利于空化效应的产生。提高超声处理温度后，由于温度升高，熔体的体积粘滞系数下降，空化强度提高，熔体中空化核心增多，空化泡内气体含量增大，崩溃的缓冲效应提高。在声空化泡形成长大的过程中，气泡的尺寸迅速增大，导致其内部的液体蒸发，空化泡的增大和内部液体的蒸发会从周围吸收热量，这将导致空化泡表面的金属熔液的温度降低，造成局部过冷，因此在空化泡的附近成核。在高温状态下，较低功率（135W）超声的热效应可以忽略不计<sup>[60]</sup>，这将会增强超声的细化效果，本次实验也证实了这点，在较高的熔体孕育温度时脉冲超声对组织的细化效果更佳。

在AS41合金组织中，脉冲超声对组织晶粒度的细化也可用上述原因来解释，但对Mg<sub>2</sub>Si相的细化规律却不尽其然。由于Mg<sub>2</sub>Si化合物具有很高熔点（1085 °C），只有熔体温度越高或是脉冲超声产生的热效应越大时，才更有利于Mg<sub>2</sub>Si溶解，这是由于强大超声所产生的声流及空化作用产生的热效应，一方面使原子的振动能和扩散系数得以提高，另一方面热效应使得Mg<sub>2</sub>Si溶解，同时大量的空穴、位错、亚晶界等缺陷的存在，将加速Si在合金中的扩散，使得Si 的扩散沿晶界和相界面更容易进行，促使了Mg<sub>2</sub>Si相的细化，本实验也证明了这点。

## 4.8 小结

(1) 脉冲超声孕育处理能够明显地细化AZ80与AS41镁合金的组织。合金熔体经超声处理后, AZ80合金基体组织中枝晶退化, 网状 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相结构不连续化, 组织晶粒度变小; AS41镁合金组织中的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相细化、弥散化。

(2) 超声孕育处理的效果与超声的功率(强度)、处理时间、熔体温度, 以及脉冲超声的脉宽、周期等工艺参数有关, 其中, 超声的功率和处理时间是主要的影响因素。

(3) 脉冲超声孕育处理镁合金熔体时, 处理功率、处理时间、处理温度对镁合金微观组织的影响规律与连续超声类似。脉冲超声的大脉宽和短周期等同于提高脉冲超声的时间平均功率, 因此, 提高脉宽与缩短脉冲周期对孕育效果的影响与提高处理的表观功率的结果类似。

(4) 本实验中, 较高的脉冲超声孕育温度下超声细化效果较佳。

(5) 脉冲超声处理镁合金熔体能显著改变其凝固组织中的析出相的点阵常数。AZ80合金中的 $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ 相晶格常数随脉冲超声的功率的增大呈现先减小后增大的趋势。

# 第五章 超声孕育处理对镁合金力学性能的影响

## 5.1 连续超声孕育处理对 AZ80 镁合金力学性能的影响

### 5.1.1 力学性能测试结果

表 5.1 是未经超声处理和超声处理功率为 124 W、432W、723W 时铸态 AZ80 镁合金的室温力学性能测试结果, 其抗拉强度和屈服强度的变化趋势如图 5.1 所示, 延伸率的变化趋势如图 5.2 所示。

表 5.1 连续超声功率对铸态 AZ80 镁合金力学性能的影响

Table 5.1 Effect of continuous ultrasonic power on mechanics properties of AZ80 alloys

Treating condition	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta$ /%
650°C without ultrasonic	123	78	2.75
650°C 35s 124 W	179	91	4.80
650°C 35s 432W	186	104	5.07
650°C 35s 723W	176	81	4.27

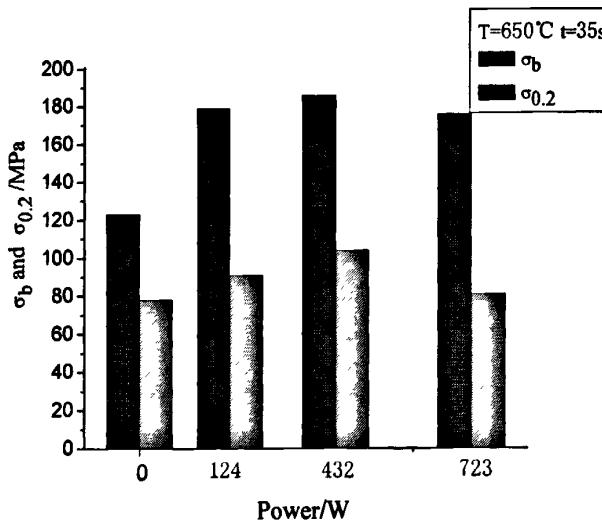


图 5.1 连续超声功率对 AZ80 镁合金抗拉强度与屈服强度的影响

Fig.5.1 The effect of continuous ultrasonic power on the tensile strength ( $\sigma_b$ ) and yield strength ( $\sigma_{0.2}$ ) of AZ80 alloy

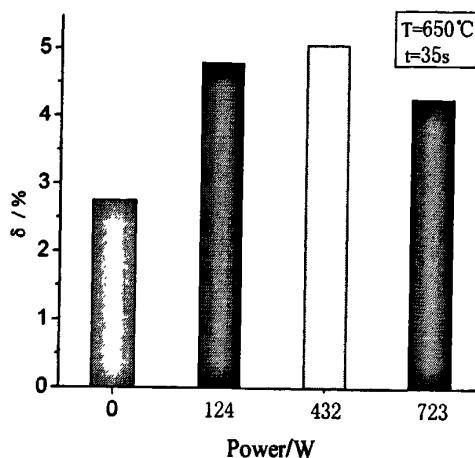


图 5.2 连续超声功率对 AZ80 镁合金延伸率的影响

Fig.5.2 The effect of continuous ultrasonic power on the elongation of AZ80 alloy

结合表 5.1 和图 5.1、5.2 可以看出，超声处理后 AZ80 镁合金的抗拉强度和延伸率均有较大幅度的提高，屈服强度也有所提高。超声处理功率为 124W 时，合金的抗拉强度由未经超声处理的 123MPa 升至 179MPa，延伸率由 2.57% 提高至 4.80%；随着超声功率增大到 432W 时其抗拉强度和延伸率分别相应的提高到了 186 MPa 和 5.07%，延伸率的涨幅相对于无超声处理时竟达到了 84.4%，抗拉强度涨幅达到了 51.2%；当超声处理功率进一步增大时，合金的抗拉强度开始回落，但仍比无超声处理时大的多。

超声处理对 AZ80 镁合金屈服强度的影响虽然没有对抗拉强度和延伸率影响那么显著，但合适的超声处理条件也能较大幅度的提高其屈服强度，在本实验中，熔体温度为 650℃ 时将 432W 的超声功率导入熔体中处理 35s，其屈服强度由未做超声处理时的 78MPa 升高至 104MPa，涨幅达到了 33.3%。可见，合适的超声处理条件对于提高合金的力学性能是非常有效的。

表 5.2 连续超声孕育时间对铸态 AZ80 镁合金力学性能的影响

Table 5.2 Effect of continuous ultrasonic treating time on mechanics properties of AZ80 alloys

Treating condition	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta$ /%
650℃ without ultrasonic	123	78	2.75
650℃ 432W 35s	186	104	5.07
650℃ 432W 60s	156	80	4.27

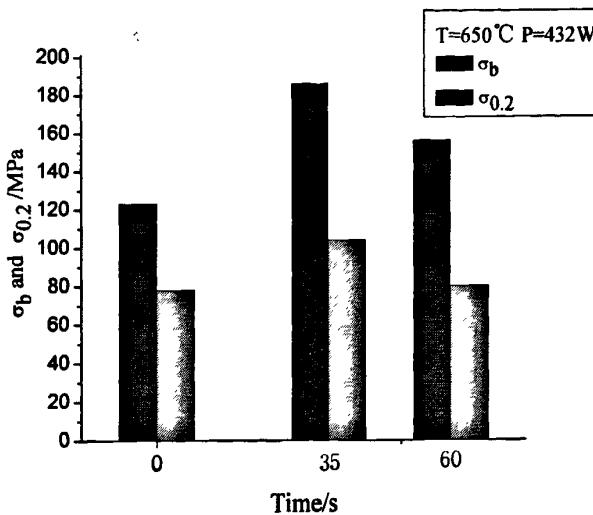


图 5.3 超声处理时间对 AZ80 镁合金抗拉强度与屈服强度的影响

Fig.5.3 The effect of treating time of continuous ultrasonic on the tensile strength ( $\sigma_b$ ) and yield strength ( $\sigma_{0.2}$ ) of AZ80 alloy

表 5.2 是未经超声处理和功率为 432W 时超声孕育处理 35s、60s 后铸态 AZ80 镁合金的室温力学性能，其抗拉强度和屈服强度随超声孕育时间的变化趋势如图 5.3 所示。

由表 5.2 和图 5.3 可以发现，超声处理 35s 和 60s 后，AZ80 合金的抗拉强度分别由未经超声处理时的 123MPa 升高到 186MPa 和 156MPa，延伸率也由 2.57% 提高至 5.07% 和 4.27%，尤其是超声处理 35s 时，抗拉强度和延伸率的涨幅分别达到了 51.2% 和 84.4%；超声处理 35s 时，合金的屈服强度升高幅度较大，达到了 33.3%，但随着超声处理时间的延长，屈服强度回落，与未进行超声处理时相比变化不是很明显。

上述分析可见，连续超声孕育处理熔体可以大幅度提高合金的力学性能。本实验中，连续超声功率从 123W 变化到 723W 时，AZ80 镁合金的力学性能各指标变化幅度相对于连续超声孕育处理时间从 35s 到 60s 时力学性能的变化幅度要小些，可以说，本组实验中超声孕育处理时间对合金力学性能的影响更大些。

就本实验而言，熔体温度为 650℃ 时，超声功率为 432W 时处理 35s 得到的铸态 AZ80 镁合金的室温综合力学性能最好，可以作为本实验研究连续超声孕育处理的最优条件之一。

### 5.1.2 拉伸断口形貌分析

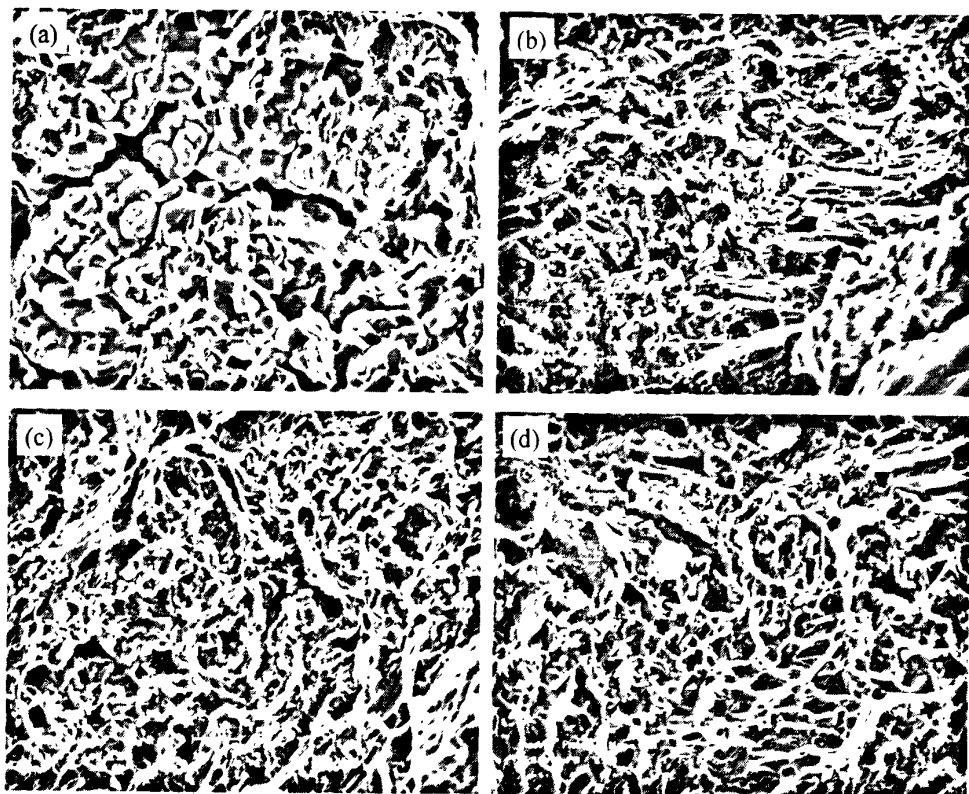


图 5.4 AZ80 镁合金断口 SEM 形貌

Fig.5.4 SEM fractographs of AZ80 alloy

(a) without ultrasonic; (b) 124Wx35s; (c) 432Wx35s; (d) 723Wx35s

图 5.4 分别是未经超声处理和超声处理功率为 124 W、432W、723W 时铸态 AZ80 镁合金拉伸断口 SEM 形貌。无超声处理时 AZ80 合金的拉伸断口是以沿晶断裂为主的脆性断裂，局部存有少量解理断裂特征的河流花样（右半边缘部位），属于混合型断裂，由图(a)可以看出，在一次裂纹上有二次裂纹出现，而且断裂面上几乎看不到韧窝或迭波，是典型的脆性断裂；施加 124W 的功率超声处理 35s 时，合金断口形貌发生了显著的变化，在断口处出现有大量迭波和尺寸不均的韧窝，且河流花样的解理阶呈带状；超声处理功率增大到 432W 时，带状的河流花样明显减少，等轴状的韧窝数量增多而且尺寸大小较为均匀，是典型的微孔聚集型断裂，一般认为，在微孔型断裂过程中，塑性变形对微孔的形成和发展都起着决定性的作用，正因为如此，微孔聚集型断裂在多数情况下都是宏观塑性断裂，而韧窝的数量和形态对合金的延伸率和抗拉强度等力学性能起着决定性的作用；随着超声功率增大到 723W 时，带状的河流花样增多，导致其力学性能有所下降。

## 5.2 脉冲超声孕育处理对 AZ80 镁合金力学性能的影响

### 5.2.1 力学性能测试结果

表 5.3 显示的分别是未经超声处理和超声处理脉宽为  $75\mu\text{s}$ 、 $150\mu\text{s}$  和  $210\mu\text{s}$  时铸态 AZ80 镁合金的室温力学性能, 其抗拉强度和屈服强度随脉宽的变化趋势如图 5.5 所示, 延伸率的变化趋势如图 5.6 所示。

结合表 5.3 和图 5.5、5.6 可以看出, 铸态条件下, 超声处理后 AZ80 的抗拉强度和延伸率都有明显的提高, 尤其是在超声脉宽为  $150\mu\text{s}$  时, 抗拉强度由无超声处理时的  $123\text{ MPa}$  上升到  $184\text{ MPa}$ , 延伸率由  $2.75\%$  提高到  $4.92\%$ , 随着超声脉宽的增大, 抗拉强度和延伸率变化不大, 但屈服强度有较大的变化, 超声脉宽为  $210\mu\text{s}$  时, 屈服强度由无超声处理时的  $78\text{ MPa}$  上升至  $101\text{ MPa}$ 。

表 5.3 铸态 AZ80 镁合金力学性能

Table 5.3 Mechanics properties of AZ80 alloy

Treating condition	$\sigma_b/\text{MPa}$	$\sigma_{0.2}/\text{MPa}$	$\delta/\%$
650°C without ultrasonic	123	78	2.75
650°C P=727W t=35s T=510μs D=75μs	162	82	4.34
650°C P=727W t=35s T=510μs D=150μs	184	76	4.92
650°C P=727W t=35s T=510μs D=210μs	182	101	4.80

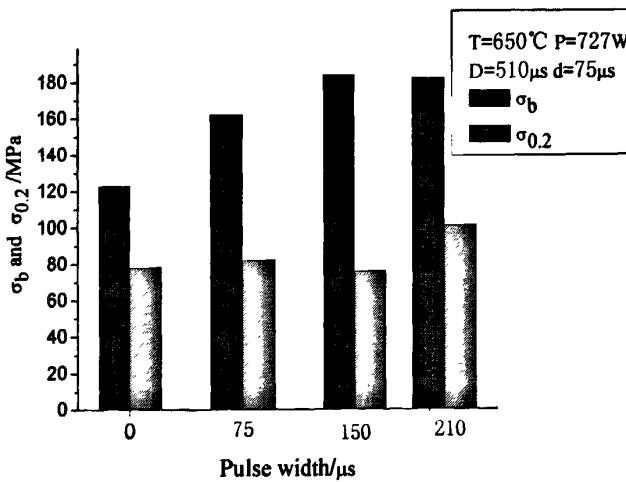


图 5.5 脉宽对 AZ80 镁合金抗拉强度与屈服强度的影响

Fig.5.5 The effect of pulse width of pulse ultrasonic on the tensile strength ( $\sigma_b$ ) and yield strength ( $\sigma_{0.2}$ ) of AZ80 alloy

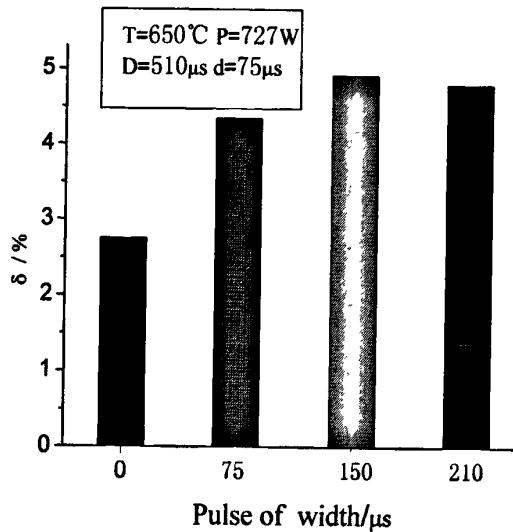


图 5.6 脉宽对 AZ80 镁合金延伸率的影响

Fig.5.6. Effect of pulse of width of pulse ultrasonic on the stretch ratio of AZ80 alloy

上述分析可见,脉冲超声孕育处理熔体可以大幅度提高合金的力学性能。本实验中,熔体温度为 650℃、超声功率为 727W、脉冲周期为 510 $\mu\text{s}$ 、脉宽为 210 $\mu\text{s}$ 、超声处理 35s 时可以作为研究脉冲超声处理合金熔体来提高材料力学性能的最佳条件之一。

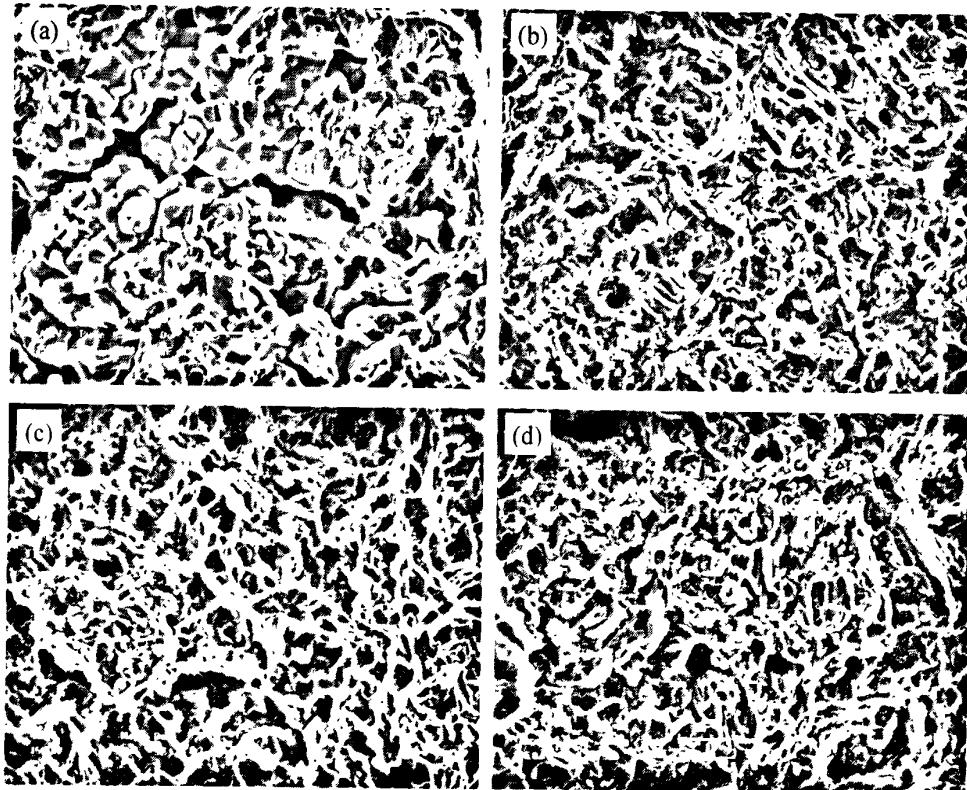


图 5.7 AZ80 合金拉伸断口形貌

Fig.5.7 SEM fractographs of AZ80 alloys ( $T=650^\circ\text{C}, P=727\text{W}, t=35\text{s}, D=510\mu\text{s}$ )

(a) without ultrasonic; (b) 75 $\mu\text{s}$ ; (c) 150 $\mu\text{s}$ ; (d) 210 $\mu\text{s}$

### 5.2.2 拉伸断口形貌分析

图 5.7 分别为无超声和经不同脉宽超声孕育处理后 AZ80 合金铸态拉伸断口 SEM 形貌。无超声处理时 AZ80 合金的拉伸断口是以沿晶断裂为主的脆性断裂，局部存有少量解理断裂特征的河流花样（右半边缘部位），见图(a)，可以看出，在一次裂纹上有二次裂纹出现，而且断裂面上几乎看不到韧窝或迭波，是典型的脆性断裂。一般认为，当金属或合金沿晶界析出连续或不连续的网状脆性相时，在外力的作用下，这些网状脆性相将直接承受载荷，很易于破裂形成裂纹并使裂纹沿晶界扩展，造成试样沿晶界断裂，它是完全脆性的正断；脉冲超声处理后，合金断口形貌发生了显著的变化，拉伸断口中具有十分明显的迭波和韧窝断裂特征，导致合金的延伸率和抗拉强度大幅度提高，可以看出，随着超声脉宽的增大，断口中等轴状韧窝的数量不断增多，韧窝变深，而这些变化促使合金的力学性能不断提高。

## 5.3 分析讨论

镁合金的强化机制是由固溶强化、弥散强化和细晶强化三部分组成，而细晶强化起主导作用。镁为密排六方结构，相对于体心立方和面心立方晶体而言，密排六方结构晶体滑移系少，塑性变形较困难，晶粒细化不仅能提高镁合金的强度和延展性，而且会导致高应变速率和低温超塑性<sup>[1]</sup>。一般认为，晶粒细化引起合金韧化的主要机理是晶界滑移，Hauser 等认为室温下镁合金可以通过细化晶粒而导致晶界滑移（GBS），根据 Hall-Petch 公式  $\sigma_s = \sigma_0 + Kd^{-1/2}$  可知，合金的强度随晶粒尺寸的减小成平方倍的增加，细晶有利于提高合金的强度和改善塑性，有研究表明，当镁合金晶粒细化到  $1\mu\text{m}$  左右时，能够激活新的变形机制，导致晶界滑动以及室温下新的流变过程，从而大大改善合金的力学性能，甚至产生超塑性。

由前几节分析可知，超声处理合金熔体可以大大细化晶粒。我们可以看到，在上述几节中提到的最佳超声处理条件中，镁合金经超声处理后，合金的晶粒尺寸由原来的  $231.5\mu\text{m}$  减小到  $135.2\mu\text{m}$ ，从而大大提高合金的力学性能。

另一方面，AZ80 镁合金的第二相 ( $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ ) 对其有弥散强化的作用。众所周知，第二相粒子可以有效的阻碍位错运动，运动着的位错遇到滑移面上的第二相粒子时，或绕过，或切过，这样滑移变形才能进行。这一过程需要消耗额外的能量，需要提高外加应力，所以造成强化。但是第二相粒子必须十分细小，粒子越弥散，其间距越小，则强化效果越好。我们知道，对合金的强化作用较大的析出相，它必然能够阻止可动位错的运动，而这种析出相往往与基体的主滑移面垂直或呈一定角度<sup>[61]</sup>，由文献可知，大块

状的  $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  相与基体的基面(0001)平行, 而 AZ80 镁合金中主要的滑移系即在基面上, 所以大块状  $\beta$  相对位错运动的阻碍作用较小, 因此合金的抗拉强度并不能得到提高; 与之相对的是不连续的细小的  $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  相, 不连续  $\beta$  相除了与基体基面平行外, 还有部分与基体基面垂直, 这部分  $\beta$  相所占比例越大, 这种  $\beta$  相对位错的运动阻碍作用较大, 对合金的强化效果也就越好。不连续  $\beta$  相析出越多, 合金强度越高, 裂纹萌生的地方越多, 导致合金出现大面积的解理断裂。由前几节分析可知, 超声处理可以有效的细化  $\beta$  相, 使粗大的连续网状  $\beta$  相转变为细小的不连续网状结构, 甚至为质点状结构, 从而大大提高了合金的强度。

## 5.4 小结

- (1) 与未作超声孕育处理相比, 不论是连续超声还是脉冲超声孕育处理后, AZ80 镁合金的力学性能都得到了显著提高。
- (2) 在连续超声孕育处理对 AZ80 镁合金力学性能影响的试验中, 合金的力学性能随着超声功率的增大呈先升高后下降的趋势。当超声处理条件为  $35\text{s} \times 432\text{W}$  时合金力学性能最佳, 此时抗拉强度提高了 51.2%, 屈服强度也提高了 33.3%, 延伸率提高了 84.4%。
- (3) 在脉冲超声孕育处理对 AZ80 镁合金力学性能影响的试验中,  $T=650^\circ\text{C}$   $P=727\text{W}$ 、 $t=35\text{s}$ 、 $D=510\mu\text{s}$ 、 $d=210\mu\text{s}$  为脉冲超声孕育处理熔体提高合金力学性能的最优条件, 此时抗拉强度由未经超声孕育处理时的  $123\text{MPa}$  提高到  $182\text{ MPa}$ , 屈服强度由  $78\text{MPa}$  提高到  $101\text{ MPa}$ , 延伸率也提高了 74.5%。
- (4) 与未作超声孕育处理相比, 超声孕育处理后, AZ80 镁合金拉伸断口形貌发生了显著的变化, 断口中韧窝的数量增多, 韧窝变深。

## 结论

本文以几种 AZ 系列和 AS 系列镁合金为研究对象，系统考察了连续超声与脉冲超声的功率（强度）、孕育处理时间、孕育处理温度、脉冲超声脉宽与周期等工艺参数对镁合金的凝固组织及力学性能的影响。为准确考察镁合金的晶粒尺度，本研究成功探索了一种观察镁合金偏振光金相组织的试样制备方法，并结合图像分析软件成功对 AZ 系列和 AS 系列镁合金组织的晶粒度和晶粒度等级作了定量的评定。全文得出以下几个主要结论：

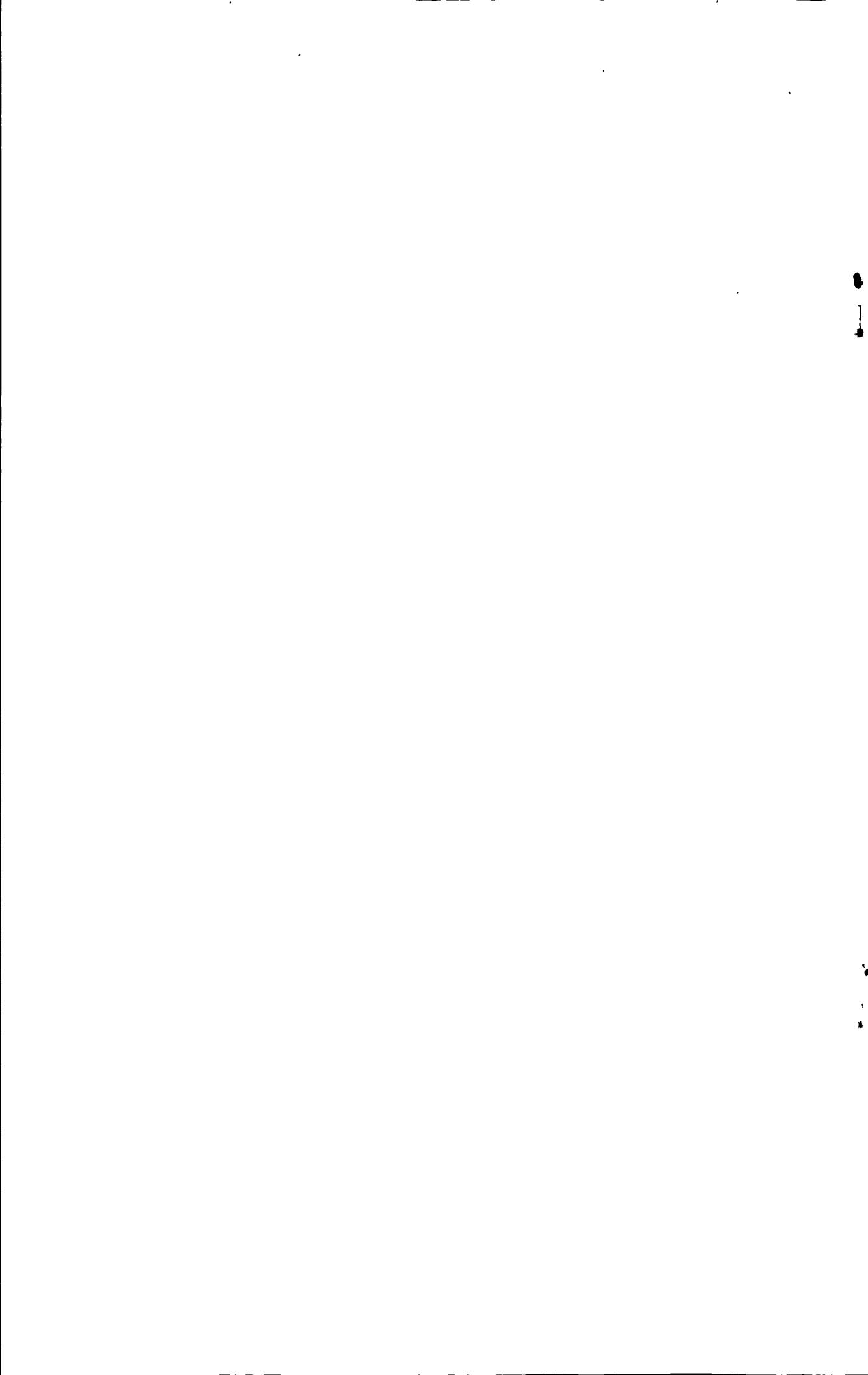
(1) 经连续或脉冲超声孕育处理后的镁合金凝固组织枝晶退化，晶粒显著细化，AZ 合金中的网状 $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>相结构不连续化；AS41镁合金组织中的Mg<sub>2</sub>Si相细化、弥散化。超声孕育处理的效果与超声强度、处理时间、熔体温度，以及脉冲超声的脉宽、周期等工艺参数有关。

(2) 连续超声孕育处理AZ80熔体时，高功率短时间或低功率长时间孕育处理时均可以获得较好的晶粒细化效果。超声功率对AS41合金熔体的影响存在一个最优值：在功率为100W(14.1W/cm<sup>2</sup>)时，随时间延长晶粒持续细化。在本试验范围内，650°C 时AZ80 镁合金熔体的最优孕育细化条件为226W (32W/cm<sup>2</sup>) ×15s或32W (4.5W/cm<sup>2</sup>) ×50s；而 AS41镁合金的最优细化条件为268W (38W/cm<sup>2</sup>) ×50s。AS41合金中的Mg<sub>2</sub>Si相随超声功率增加而持续细化，但超声孕育时间似乎有个孕育处理时间门槛值，但尚需更进一步的探讨。

(3) 脉冲超声孕育处理条件对镁合金微观组织的影响规律与连续超声类似。提高脉宽与缩短脉冲周期对孕育效果的影响与提高处理的表观功率的结果类似。在本试验范围内，690°C 时AZ80镁合金熔体的最优孕育细化条件为P=316W、t=50s、D=510μs、d=210μs；700°C 时AS41镁合金熔体的最优孕育细化条件为P=430W、t=20s、D=510μs、d=155μs。

(4) 连续或脉冲超声孕育处理均显著改变镁合金凝固组织中析出相的点阵常数。且与超声功率和孕育时间有关。这可能与超声孕育所致的固溶体的短程有序化或者析出相的元素固溶量变化有关。

(5) 超声孕育处理后的镁合金强度与塑性显著提高。432W (7.8W/cm<sup>2</sup>) ×35s处理时，AZ80镁合金的抗拉强度提高了51.2%，屈服强度也提高了33.3%，延伸率提高了84.4%。



# 参考文献

- [1] 陈振华. 镁合金, 北京: 化学工业出版社[M]. 2004.
- [2] 戚飞鹏. 材料与科学进步[M]. 上海: 上海大学出版社, 2003.
- [3] 贺岩松. 镁合金在轻量化汽车中的应用[J]. 汽车工艺与材料, 2003, (6) :11-13.
- [4] Edgar R L. Global overview on demand an applications for magnesium alloys. In Kainer KU (ed). Magnesium Alloys and There Applications. Weinheim (Federal Republic of Germany): Munich, 2003.3.
- [5] Clow B B. Proc. Int. Conf. Magnesium alloys and there applications. Deutsche Gesellschaft fur Materialkunde E V.1992.3.
- [6] 范金辉, 翟启杰. 物理场对金属凝固组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12 (21) :11-17.
- [7] Misra A K. A novel solidification technique of metals and alloys : under the influence of applied potential [J ]. Metallurgical Transactions A, 1985, 16A:1354 - 1355.
- [8] Misra A K. Effect of electric potentials on solidification of near eutectic Pb<sub>2</sub>Sb<sub>2</sub>Sn alloy [ J ]. Materials Letters, 1986, 4 (3) : 176 – 177.
- [9] 李超. 金属学原理[M]. 哈尔滨工业大学出版社, 1988 :102-105.
- [10] 潘宪曾. 镁合金在中国压铸工业中的应用[J]. 铸造, 2001 , 50 (6) :81-83.
- [11] 翟春泉, 曾小勤等. 镁合金的开发与应用[J]. 机械工程材料, 2001, 25 (1) :6.
- [12] 谢旭红. 镁合金在汽车工业中的开发与应用[J]. 轻合金, 1999, (1) :5.
- [13] 李玉兰, 刘江等. 镁合金在汽车上的应用[J]. 特种铸造及合金, 1999, 增刊 (1) :22.
- [14] 刘静安. 镁合金加工技术发展趋势与开发前景[J]. 轻合金加工技术, 2001, 29 (11) :1.
- [15] 张诗昌, 段汉桥等. 主要合金元素对镁合金组织性能的影响[J]. 铸造, 2001, 50 (6) :202-203.
- [16] Wei L Y. The intergranular microstructure of cast Mg-Zn and Mg-Al-Re alloy. Metallurgical & Materials Transactions A, 1995 (8).
- [17] 刘正, 张奎, 曾小勤. 镁基轻质合金理论基础及其应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 2002.
- [18] Wei L Y, Dunlop G L, Westerngen H. Solidification behaviour and phase constituents of cast Mg-Zn-Misch metal alloys. Journal of Materials Science, 1997 (32).
- [19] J.E.C.Hut, D.H.StJohn, L.Hogan, A.K.Dahle. Mater. Sci.Technol.15(5)(1999): 495-500.
- [20] J.Hunt. Mater. Sci.Eng. 65(1984): 75-83.
- [21] 陆树荪等. 有色铸造合金及熔炼[M]. 北京: 国防工业出版社, 1983.
- [22] 张世军, 黎立献, 余现等. 镁合金的晶粒细化工艺[J]. 铸造, 2001, 50 (7): 373-375.

- [23] Lee Y.C,Dahle A.K and StJohn D. H. The role of solute in grain refinement of magnesium [J].Metallurgical and Materials Transaction A ,2000,31A(11): 2895-2906.
- [24] Dahle K.Ame,Lee C .Young,Nave D.Mark. Development of the as-cast microstructure in magnesium-aluminum alloys[J]. Journal of Light Metals. 2001 (1): 61-72.
- [25] Avedesian M.Michael, Baker Hugh. Magnesium and magnesium alloys[J]. ASM International, 1999: 53-97.
- [26] LeeY.C, Dahle A.K and St.John D.H. Grain refinement of magnesium. Kaplan H.I,Hryniak J,CloW B,Magnesium Technology 2000, Nashville, Tennessee, 2000: 211-218.
- [27] 张诗昌. 主要合金元素对镁合金组织和性能的影响[J]. 铸造, 2001, 50(6): 312.
- [28] Aliravci C.A,Gruzleski J.E. Efect of strontium on the shrinkage microporosity in magnesium sand sastings[J]. AFS Transaction, 1992 (100):353-362
- [29] G.Y. Yuan,Z .L.Liu,Q .D.Wang,W .J.Ding. Microstructure refinement of Mg-Al-Zn-Si alloys[J]. Materials Letters 5 (2002): 58.
- [30] 吕宜振. Mg-Al-Zn合金组织、性能、变形和断裂行为研究[D]. 上海交通大学, 2001.
- [31] Polmear I J, Magnesium alloys and applications[J].Materiala Science and Technology, 1994(10): 1-1.
- [32] D.Eliezer,E .Aghion, F.H.Froes. Magnesium Science, technology and applications[J]. Advanced Performance Materials, 1998, (5): 210-212.
- [33] Okumura A,SuWa H, Kanazawa R,etc.Manufacture of magnesium alloy wheels, proceedings of 46<sup>th</sup> annual world magnesium conference, Dearborn,Michigan,USA,1989.USA: International Magnesium Association,1989:17-26.
- [34] Kainer K U. The fundamentals of the new rheocasting-proces for magnesium alloys. Magnesium alloys and their applications, Munich, Germany,2000. Weinheim: WGV Verlagsdienstleistungen GmbH, 2000: 533-539.
- [35] Watanabe H, Mukai T, Higashi K. Superplasticity in a ZK60 magnesium alloy at Low temperatures [J]. Scripta Materialia (USA), 1999,40(4): 477-484
- [36] Gouling S L. New magnesium alloys [J]. Metals Eng. Quart.,1972,12(2): 7-13
- [37] Wkkura C, Nohara S, Zhang S q etc. Hydriding and dehydriding characteristics of an amorphous Mg<sub>2</sub>Ni-Ni compsite [J]. Journal of Alloys and Compounds, 1998,(270): 145-148.
- [38] 马大献. 现代声学理论基础[M]. 北京: 科学出版社, 2001.
- [39] 金长善. 超声工程[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1989.

- [40] 钱盛友, 王鸿樟, 孙福成. 声流现象的研究及其应用[J]. 应用声学, 1997, 16 (6) : 38-42.
- [41] 高守雷, 翟启杰等. 超声波在金属凝固中的应用与发展[J]. 材料导报, 2002, (16) : 71-72.
- [42] Campbell J. Effects of vibration during solidification. Int Met Rev, 1981 (2): 71-104
- [43] 陈峰, 舒光冀, 马立群等. 高能超声作用下数种金属基复合材料的制备及机制[J]. 复合材料学报, 1998, 15 (3) : 12-16.
- [44] Anton Puskar. The use of high-intensity ultrasonics[M]. Elsevier Scientific publishing company 1982.
- [45] Abdel Reilum M, Reif W. Practical applications for solidification of metals and alloys under ultrasonic vibrations. Metall, 1984, 38(12): 1156-1160.
- [46] Campbell J. Effects of vibration during solidification. Int Met Rev, 1981, (2): 71-104.
- [47] LU Y Z , WAN G Q D , ZENG X Q , et al . Behavior of Mg<sub>26</sub>Al<sub>2</sub>xSi alloys during solution heat treatment at 420 °C[J ]. Materials Science and Engineering A , 2001 , 301 (2) : 255 - 258.
- [48] BRONFIN B , KATSIR M , AGHION E. Preparation and solidification features of AS21 magnesium alloy [ J ] . Materials Science and Engineering, 2001, A302 : 46 - 50.
- [49] 黄正华, 郭学锋, 张忠明等. Si对AZ91D镁合金显微组织与力学性能的影响[J ]. 材料工程, 2004 (2): 28 – 31.
- [50] 袁广银, 刘满平, 王渠东等. Mg<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>Zn<sub>2</sub>Si合金的显微组织细化[J ]. 金属学报, 2002, (10) : 1105 – 1108.
- [51] SON G Peiwei .Spheroidization of Mg<sub>2</sub>Si Particles in Mg<sub>24</sub>Al<sub>22</sub>Si alloys during solution treatment process. Department of Mechanical and Electrical Engineering , Shaanxi University of Technology.
- [52] 周玉. 材料分析方法[M]. 北京: 机械工业出版社, 2000.5
- [53] 吴国华, 李冠群等. Y对 AZ91D 镁合金组织及力学性能的影响[J ], 上海交通大学, 特种铸造 及有色冶金, 2006, (5) : 105.
- [54] 班春燕. 电磁场对铝合金组织的影响[D]. 东北大学, 2001.7.
- [55] 崔忠圻. 金属学与热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2000.
- [56] 宋佩维, 郭学锋. Mg<sub>24</sub>Al<sub>22</sub>Si合金固溶处理过程中Mg<sub>2</sub>Si相颗粒的球状化[J ]. 材料工程, 2007, 3 (5) : 95.
- [57] LU Y Z , WAN G Q D , ZENG X Q , et al . Behavior of Mg<sub>26</sub>Al<sub>2</sub>xSi alloys during solution heat treatment at 420 °C[J ]. Materials Science and Engineering A ,2001, 301 (2): 255 – 258.
- [58] 冯若, 李化茂. 声化学及其应用[M]. 合肥: 安徽科学技术出版社, 1991.
- [59] 钱祖文. 非线性声学[M]. 北京: 科学出版社, 1992.

- [60] 张海波. 功率超声对 AZ81 镁合金组织的影响[D]. 上海大学, 2004.7.
- [61] 唐伟, 刘路等. 热处理对 AZ80 结构及性能的影响[J]. 金属学报, 2005, 41 (11) : 1199-1206.
- [62] 徐锦锋, 翟秋亚. 快速凝AZ91D镁合金的相结构及位错[J]. 稀有金属材料与工程, 2004, 33 (8) :835-838.

## 致谢

感谢我的指导教师乐启炽副教授与路贵民教授，他们渊博的知识，严谨求实的治学态度，实事求是的工作态度和活跃的学术思想令我钦佩，鼓励实践、创新、思考的高尚品德与育人精神使我终生难忘。除了在学习上的严格要求和悉心指导外，他们在生活等方面也给予我许多亲人般的关心和爱护。在此，向您们致以诚挚的感谢！

在整个课题研究期间，EPM 教育部重点实验室的张自强老师也给予我很大的帮助，当我遇见问题时，张老师总是耐心、细致的给我讲解，没有他无微不至的帮助也不可能有我论文的完成。在此对张老师表示衷心的感谢。

此外，也感谢在我学习过程中指导和帮助过我的郭老师！感谢我的同学王启伟、董富军和黄镇，他们曾在我的实验中给予很多的帮助和方便，在我写论文期间提出了很多宝贵意见。在与他们长期的交往中，我从他们身上也学到很多专业学习之外的东西，衷心的感谢他们，感谢他们和我共同度过这段美好时光。感谢我带的研究生师弟高声远、李白和师妹王雪，还有我带的本科生师弟张向文、高恩保和李聪，他们都曾经参与我的实验并给予很多创建性的建议，在我写论文期间也曾给予我很多帮助。

特别感谢我的家人长期以来给我的关心爱护和理解支持，没有你们没有我的今天！

最后，衷心感谢在百忙之中抽出时间评阅论文和参加答辩的各位老师！

